

**Untersuchungen zum Einfluss thermischer Behandlungen
von - 269° C bis 1000° C auf die kristallographische Textur und
die Eigenspannungen eines Cu-Nb Verbundwerkstoffes**

Dissertation
Zur Erlangung des Grades eines
Doktor-Ingenieurs

Vorgelegt von
Dipl. Ing. Wen-Hai Ye
aus der V.R. China

genehmigt von der
Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften
der Technischen Universität Clausthal

Vorsitzender der Promotionskommission :	Prof. Dr. Arnold Adam
Hauptberichterstatter:	Prof. Dr. Ing. habil. H.-G. Brokmeier
Mitberichterstatter:	Prof. Dr. Ing. habil. Lothar Wagner
Fakultätsdekan:	Prof. Dr. Wolfgang Schade
Tag der mündlichen Prüfung:	18. Nov.. 2005

Diese vorliegende Arbeit wurde am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik der Technischen Universität Clausthal angefertigt.

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt:

Herrn Prof. Dr. Ing. habil. H.-G. Brokmeier, meinem Doktorvater, für die stetige und wohlwollende Förderung, die Anregung dieser Arbeit, seine stetige Bereitschaft zur Diskussion, seine fürsorgliche Betreuung und abschließende Durchsicht des Manuskriptes sowie für die Übernahme des Hauptreferates.

Herrn Prof. Dr. Ing. habil. Lothar Wagner für sein Interesse an dieser Arbeit und freundlicherweise für die Übernahme des Korreferats;

Herrn Dr. W. Singer und Frau X. Singer von DESY in Hamburg für die Anregung dieser Arbeit und für die Unterstützung bei der Durchführung der verschiedenen Behandlungen der Proben;

Herrn Bernd Witassek, Frau Dr. Anke Günther und Herrn Bernd Schwebke für die Unterstützung, die Hilfe bei der Durchführung der Texturmessungen und die freundliche Zusammenarbeit während der Messungen am Neutronendiffraktometer TEX-2 am GKSS-Forschungszentrum;

Herrn Prof. Dr. Ing. Hans Georg Priesmeyer, Mitarbeiter der Universität Kiel, Herrn Dr. Valeri Kurdryashov, Herrn Dr. Gizo Bokuchava und Frau Dipl. Ing. Ursula Tietze, Mitarbeiter des GKSS-Forschungszentrums, für die Hilfe und die Unterstützung bei den Eigenspannungsmessungen am Fourier Spannungs Spektrometer (FSS) und die freundliche Zusammenarbeit während der Messungen;

Herrn Hans Mackel, Mitarbeiter des GKSS-Forschungszentrums, für die Unterstützung bei den Mikrohärteuntersuchungen;

Frau Petra Fischer und Herrn Gert Wiese, Mitarbeiter des GKSS-Forschungszentrums, für die Unterstützung bei der Präparation der Proben sowie bei den Lichtmikroskopieaufnahmen;

Herrn Dipl. Ing. Volker Ventzke, Frau Xiumei Qi und Herrn Dr. Ren-Guo Song, Mitarbeiter des GKSS-Forschungszentrums für die Unterstützung bei der Benutzung von Messinstrumenten der Abteilung „REM“;

Herrn Dipl. Ing. Sang-Bong Yi, meinem sehr freundlichen Kollegen, für die unschätzbaren Unterstützungen, seine ständige Diskussionsbereitschaft und die freundliche Zusammenarbeit während der gesamten Zeit dieser Arbeit;

Allen Mitarbeitern des GKSS-Forschungszentrums aus den Abteilungen WFN (Neutronenstreuung) sowie der Bibliothek, insbesondere Frau Herrmann für die freundliche Unterstützung;

Allen Mitarbeitern des Institutes für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik für die freundliche Unterstützung;

Meiner Frau und meinem Sohn für den Rückhalt, die Nachsicht und die Geduld zu Gunsten meiner Arbeit, während der gesamten Zeit.

Diese Arbeit wurde von BMBF (Bundesministerium für Bildung und Forschung) Projekt mit der Nummer „03BRE8CL“ und „05KS1MCA/2“ finanziell gefördert.

Inhaltsverzeichnis

1 Zusammenfassung.....	1
2 Einleitung.....	2
2.1. Physikalische Eigenschaften von Cu und Nb.....	2
2.2. Cu-Nb Verbundwerkstoffe.....	5
2.2.1. Gefüge von Cu-Nb Verbundwerkstoffe.....	5
2.2.2. Festigkeit von Cu-Nb Verbundwerkstoffe.....	6
2.2.3. Festigkeitsmodeln	7
2.3. Ziel der vorliegenden Arbeit.....	9
3 Probenherstellung und Mikrostruktur.....	10
3.1. Probenherstellung.....	10
3.2. Mikrostrukturuntersuchung.....	12
3.2.1. Präparation der Proben.....	12
3.2.2. Partikelgröße der Cu- und Nb-Phasen nach Strangpressen.....	13
3.2.3. Korngröße der Cu- und Nb-Phasen nach Strangpressen.....	19
3.2.4. Verformte Partikelgrenzen nach dem Strangpressen.....	25
4 Texturuntersuchungen.....	28
4.1. Grundlagen.....	28
4.1.1. Orientierung und Textur.....	28
4.1.2. Herstellung der Polfiguren.....	30
4.1.3. Entstehung der inversen Polfiguren ($R_y(h)$).....	32
4.1.4. Dreidimensionale ODF.....	32
4.1.5. Texturmessungen.....	34
4.2. Messverfahren und Datenverarbeitung.....	38

4.2.1. Messverfahren.....	38
4.2.1.1. Aufbau von TEX – 2.....	38
4.2.1.2. Globale Texturmessungen am TEX – 2.....	40
4.2.2. Datenverarbeitung.....	42
4.3. Darstellung der Ergebnisse.....	42
4.3.1. Polfiguren von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen.....	42
4.3.2. Inverse Polfiguren von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen.....	45
4.3.3. Dreidimensionale ODF von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen.....	54
5 Eigenspannungsuntersuchungen.....	67
5.1. Grundlagen.....	67
5.1.1. Spannung und Dehnung im Kristall.....	67
5.1.2. Bestimmung der Spannung und Dehnung in kristallinen Materialien.....	68
5.1.3. Diffraktometertypen bei Neutronenmessungen für die Spannungsanalytik....	69
5.2. Messverfahren und Datenverarbeitung.....	71
5.2.1. Messverfahren.....	71
5.2.1.1. RTOF – Methode.....	71
5.2.1.2. Aufbau des FSS – Spektrometers.....	72
5.2.2. Eigenspannungsmessungen am FSS – Spektrometer.....	75
5.2.3. Datenverarbeitung.....	76
5.2.3.1. Optimierung der Reflexform.....	76
5.2.3.2. Wahl der Auflösung vom Spektrometer am FSS.....	78
5.2.3.3. Fit von FSS – Spektren	80
5.3. Darstellung der Ergebnisse.....	82
5.3.1. Pulverproben.....	82
5.3.2. Bestimmung der Dehnung.....	83

5.3.3. Bestimmung der Eigenspannung.....	90
5.3.3.1. Polykristallelastizitätskonstanten.....	90
5.3.3.2. Bestimmung der Eigenspannung der einzelnen Reflexen.....	93
5.3.3.3. Bestimmungen der Eigenspannung der zweiphasigen Verbundwerkstoffen.....	100
5.4. Textur und Eigenspannung.....	103
6 Untersuchung von Mikrohärt.....	104
6.1. Grundlagen.....	104
6.1.1. Mohs – Härtemessung.....	104
6.1.2. Härtemessung mit statischer Krafteinwirkung.....	104
6.2. Experimentelles.....	107
6.2.1. Präparation der Proben.....	107
6.2.2. Messungsmethode.....	107
6.3. Auswertung.....	108
7 Korngrößenbestimmung mittels Neutronbeugungen.....	113
7.1. Unterlagen.....	113
7.1.1. Bragg'sche Gleichung.....	113
7.1.2. Realstruktur.....	114
7.1.3. Scherrer – Formel.....	115
7.1.4. Andere Methoden zur Bestimmung der Korngrößen.....	117
7.2. Experimentelle Methoden und Datenverarbeitung.....	119
7.2.1. Korngrößemessungen mit Neutronen.....	119
7.2.2. Instrumentale Verarbeitung.....	120
7.2.3. Datenverarbeitung.....	121
7.3. Auswertung der Diffraktogramme.....	122

8 Synthese und Diskussion.....	125
8.1. Gefüge und Korngröße.....	125
8.1.1. Formänderung der Cu- und Nb-Partikel nach dem Strangpressen.....	125
8.1.2. Kornformänderung in Cu- und Nb-Phasen	125
8.2. Texturentwicklung.....	127
8.3. Eigenspannung.....	127
8.4. Härte.....	127
8.5. Anomalien der Eigenschaften der faserverstärkten in-situ Metall – Metall – Verbundwerkstoffe durch Verformung	129
8.5.1. Experimentelle Beobachtung.....	129
8.5.2. Mechanismen der Verfestigung.....	130
8.5.2.1. Kritische Schubspannung der Versetzungsbewegung.....	131
8.5.2.2. Mischkristallverfestigung.....	132
8.5.2.3. Versetzungsverfestigung.....	132
8.5.2.4. Feinkornsverfestigung.....	133
8.5.2.5. Teilchenverfestigung.....	134
8.5.2.6. Texturverfestigung (Kristallanisotropie).....	135
8.5.3. Versetzungsfreie Bereiche (Stufenversetzung).....	137
8.5.4. Virtuelle Versetzung in zweite Phase (Schraubversetzung).....	139
8.5.5. Zusammenfassung über die Verfestigungen.....	140
Literaturverzeichnis.....	141

Abkürzungen und Symbole

Symbol	Einheit	Erläuterung
Bi	[°]	Instrumentelle Linienbreite des Reflexes
Bm	[°]	Linienbreite des Reflexes
Bt	[°]	Physikalische Linienbreite des Reflexes
d_{hkl}	[Å]	Netzebenenabstand
$F_{ij}(\varphi, \psi, hkl)$		Röntgenographische Spannungsfaktoren texturierter Werkstoffe bezogen auf das Probensystem
h		Plancksche Wirkungsquantum
Rp	[MPa]	Streckgrenzen
$S_1, \frac{1}{2} S_2$	[GPa]	Röntgenographische Elastizitätskonstanten (REK)
Tm	[°C oder K]	Temperatur des Moderators des Kernreaktors
Tr	[°C oder K]	Rekristallisationstemperatur
Ts	[°C oder K]	Schmelztemperatur
B	[°]	Integral Linienbreite des Reflexes
θ_{hkl}	[°]	Reflexionswinkel
λ	[Å]	Wellenlänge
Γ		Orientierungsfaktor
$\varepsilon_{\varphi\psi}$		Mittlere Dehnung in Richtung (φ, ψ) der am Reflex beteiligten Kristallite
η_p		Verformungsverhältnis der Partikel
η_f		Verformungsverhältnis der Körnern
Δ_0		Auflösung gemäß dem Rayleigh Kriterium

1. Zusammenfassung

Moderne Verbundwerkstoffe (oder Werkstoffverbünde) erfüllen als Struktur- und Funktionswerkstoffe alle Anforderungen eines innovativen Produktes. Hierzu können Eigenschaften gezielt über die Materialkombination, über die Variation von Volumenanteilen, Teilchenformen und -größen sowie über die Einstellung der Mikrostruktur an das jeweilige Anwendungsprofil angepasst werden. Bei Verbundwerkstoffen wird das Gesamtgefüge nicht nur durch Größe, Form und Verteilung der einzelnen Komponenten sondern auch die Orientierungsverteilung der Kristallite jeder Komponente (kristallographische Textur) gekennzeichnet. Das führt zum Beispiel dazu, dass Unterschiede der Wärmeausdehnungskoeffizienten bei jeder thermischen Beanspruchung zu thermischen Eigenspannungen führen.

In der vorliegenden Arbeit wurde ein Cu – 50 Vol.% Nb Barren mit rechteckigen Querschnitt auf pulvermetallurgischem Wege durch Strangpressen bei Raumtemperatur hergestellt. Dabei werden lange Cu- bzw. Nb-Bänder in Verformungsrichtung erzeugt, die sich in Querrichtung zu einer innigen Mikrostruktur 'curlen'. Im Anschluss daran folgten Temperaturbehandlungen zwischen -269°C und +1000°C. Alle Zustände wurden bezüglich kristallographische Textur, Eigenspannungen und Mikrostruktur mit verschiedenen Methoden untersucht.

Der Ausgangszustand (RT), der aus feinen Fasern von polykristallinem Cu und Nb besteht, verändert sich durch Tieftemperaturbehandlungen von 2h auf -196°C bzw. 2h -269°C. Im Gegensatz dazu werden bei Wärmebehandlungen von 200°C bis 1000°C Gefügeänderungen beobachtet. Cu als niedriger schmelzendes Metal reagiert schon bei 200°C und es bildet sich innerhalb der Cu-Bänder Cu-Feinkorn. Ein Kornwachstum des Kupfers konnte bei den durchgeführten Temperaturbehandlungen nicht beobachtet werden. Niob rekristallisiert erst bei höheren Temperaturen, so dass nur geringe Änderungen des Gefüges bei Temperaturbehandlungen oberhalb 800°C festgestellt wurden.

Im Ausgangszustand (RT) weist der Verbundwerkstoff die typischen Verformungstexturen der reinen Metalle auf, wie sie für kubisch flächenzentriertes Cu bzw. für kubisch raumzentriertes Nb bekannt sind. Tieftemperaturbehandlungen haben keine Texturänderungen zur Folge. Plastische Verformungen durch hohe thermische Spannungen treten demnach nicht auf. Wärmebehandlungen führen zu materialspezifischen Texturänderungen durch Rekristallisation. Beim Cu beginnt diese Texturänderung schon bei 200°C Glühbehandlung während in der Nb-Phase 800°C benötigt werden.

Im Ausgangszustand hat der Cu-Nb Verbundwerkstoff Eigenspannungen, die durch das unterschiedliche Verformungsverhalten von Cu bzw. Nb verursacht werden. Durch die Temperaturbehandlung bewirken die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zusätzlich thermische Spannungen, die sich geringfügig unterschiedlich auswirken, je nach Probenorientierung (in Strangpressrichtung, in Querrichtung oder in Normalen Richtung).

Die Härteuntersuchungen zeigen, dass alle experimentellen makroskopischen Werte über den Werten liegen, die mit der Mischungsregel und den theoretischen Werten der beiden Phasen bestimmt worden sind.

2. Einleitung

Als Verbundwerkstoffe lassen sich im Prinzip beliebigen Kombinationen aller Stoffgruppen (Metall, Keramik und Polymer) bezeichnen. Man kann aber auch sagen, dass Verbundwerkstoffe alle Werkstoffe umfassen, in denen mindestens zwei unterschiedliche Materialien so innig verbunden sind, dass sich wenigstens ein Bestandteil zusammenhängend durchdringt, so dass mikroskopische Teilchen identifiziert werden können, die mit makroskopischen Eigenschaften korrelierbar sind. Dabei werden Werkstoffverbunde von der Herstellung von Bauteilen aus mehreren, separat gefertigten Materialien in Schichten, aber auch in komplexen Geometrien erfasst, die aus natur- und Kunststoffen, Metallen, Keramiken, Gläsern und /oder selbst Verbundwerkstoffen bestehen [2.1].

Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde gewinnen zunehmenden an Bedeutung, weil sie größtenteils das klassische Einsatzspektrum der monolithischen Werkstoffe übertreffen [2.1, 2.2]. Das bedeutet, dass Verbundwerkstoffe sehr günstige Kombinationen von Eigenschaften für spezielle Anwendungen aufweisen können, die bei anderen Werkstoffklassen nicht zu erreichen sind. Dazu können die Verbunde entweder in-situ oder ex-situ hergestellt werden. Die meisten Verbundwerkstoffe, die aus Matrixwerkstoffen und Verstärkungskomponenten bestehen, entstehen nicht in-situ.

Bei Metall – Metall Verbundwerkstoffen, deren Phasen sich gut verformen lassen, können sich Fasern der einzelnen Komponenten durch starke Verformung in-situ ausziehen lassen. Im solchen Fällen zeigen die Verbundwerkstoffe oft sehr gute mechanische Eigenschaften. Nach starker Verformung kann zum Beispiel die Festigkeit höher liegen als nach der Mischungsregel erwartet wird. Dafür gibt es verschiedene Theorien zur Erklärung, auf die im Kapitel 2.2.3. eingegangen wird.

Faserverstärkte in-situ Metallmatrix - Verbundwerkstoffe (MMCs) aus Kupfer (Cu) und Niob(Nb) besitzen gute Eigenschaften bezüglich hoher thermischer und elektrischer Leitfähigkeiten, hoher mechanischer Festigkeit und ausreichender Duktilität und sind deshalb von besonderem technischen Interesse [2.3,-2.17]. Die genannten Eigenschaften ermöglichen den Einsatz dieser Werkstoffe, mit Niobvolumenanteilen von < 20Vol. %, in Magneten mit pulsierenden Hochfelds (pulse high-field magnets). Die hohe Festigkeit (z.B. Zugfestigkeit) die durch Cu-Nb Verbundwerkstoffe erreicht werden kann, ist notwendig, da ein großer Widerstand gegen die Lorentz Kraft zu leisten ist. Die hohe elektrische Leitfähigkeit wirkt sich positiv auf die Wärmeentwicklung aus, was sich auch auf die erreichbaren Impulszeiten auswirkt. Kristallchemisch sind Cu-Nb Verbundwerkstoffe interessant, da sie keine intermetallischen Verbindungen an den Grenzflächen bilden.

Die Arbeiten im Rahmen dieser Dissertation wurden an einem Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe durchgeführt. Sie sollen zum Verständnis der Festigkeitseigenschaften beitragen. Untersuchungen zur Entwicklung der Mikrostruktur, der Textur und der Eigenspannungen als Funktion thermischer Behandlungen (Tieftemperatur bis -269°C und Hochtemperaturbehandlung bis +1000°C) werden dargestellt. Die gewählten Temperaturen entsprechen den Behandlungs- und Einsatztemperaturen von Linearbeschleunigermaterial. Eine der Alternativen für Linearbeschleunigereinheiten sind Kavitäten aus einem Kupfermantel mit einer inneren Schicht aus hochreinem Niob.

2.1. Physikalische Eigenschaften von Cu und Nb

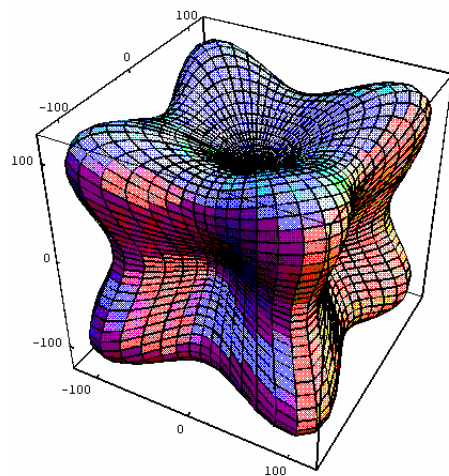
Um die Eigenschaften der Cu-Nb Verbundwerkstoffe gut darstellen zu können, sind zunächst die individuellen Eigenschaften von Kupfer (Cu) und Niob (Nb) zu diskutieren.. Tabelle 2.1. zeigt separat die Eigenschaften von Kupfer (Cu) und Niob (Nb). Dafür werden die elastischen Moduln und die thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Cu und Nb spezial betrachtet, weil sich beiden Faktoren auf das Entstehen von Eigenspannungen und die realen Eigenschaften im Werkstoff (insbesondere die Festigkeit) auswirken.

Tabelle 2.1. Eigenschaften von Kupfer und Niob [2.17, 2.18]

Struktur und Eigenschaften	Cu	Nb
Ordnungszahl	29	41
Atomgewicht	63,546	92,90636
Raumgruppe	Fm-3m Space group number: 225	Im-3m Space group number: 229
Kristallstruktur	kfz (kubisch flächenzentriert)	krz (kubisch raumzentriert)
Dichte [kg mm^{-3}]:	8920	8570
Young'scher Modul (E) [GPa]:	130	105
Schubmodul (G)[GPa]:	48	38
Poisson – Konstante (ν) [ohne Einheiten]:	0,34	0,40
Mineralhärte [ohne Einheiten]:	3,0	6,0
Brinell - Härte (HB) [MN m^{-2}]:	874	736
Vickers -Härte (HV) [MN m^{-2}]:	369	1320
elektrisch Widerstandsfähigkeit [$10^{-8} \Omega \text{ m}$; or $\mu\Omega \text{ cm}$]:	1,7	15
Supraleitung -Temperatur (Tc) [K, oder $^{\circ}\text{C}$]:	-----	9,25 K (-263,9 $^{\circ}\text{C}$)
Schmelzpunkt (Ts) [K, oder $^{\circ}\text{C}$]:	1357,77 K (1084,62 $^{\circ}\text{C}$)	2750 K (2477 $^{\circ}\text{C}$)
Wärmeleitfähigkeit [$\text{Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$]:	400	54
Thermischer Ausdehnungskoeffizient [K^{-1} , $\times 10^6$]:	16,5	7,3

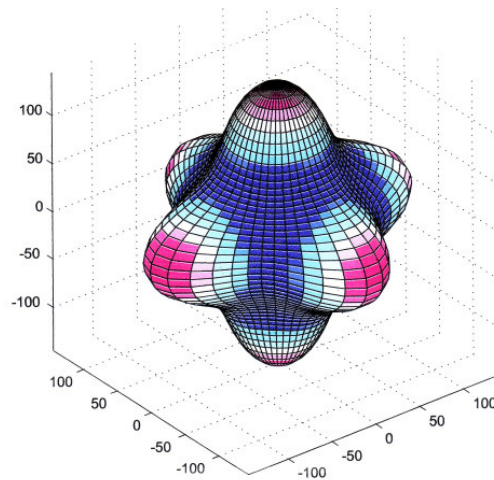
Die Anisotropie spielt eine große Rolle bei der Betrachtung der Eigenschaften von Polykristallen, insbesondere während der Verformung [2.19, 2.20]. Abbildung 2.1 zeigt beispielsweise die räumliche Verteilung (Richtungsabhängigkeit) der Elastizitätsmoduln des

Kupfer- bzw. des Niob- Einzelkristalls. Die Orientierungsverteilung der Kristalle in einem Material ist einer der Träger dieser Einkristallanisotropie auf den Polykristall.



a) Cu-Einzelkristall

$E_{\max(111)} = 191,2 \text{ GPa}$, $E_{\min(100)} = 66,7 \text{ GPa}$.



b) Nb-Einzelkristall

$E_{\max(100)} = 145,5 \text{ GPa}$, $E_{\min(111)} = 83,3 \text{ GPa}$.

Abbildung 2.1. Orientierungsabhängigkeit des E-Moduls

Der thermische Ausdehnungskoeffizienten von Cu und Nb zeigt eine unterschiedliche Temperaturabhängigkeit. Je höher die Temperatur wird, desto größer wird der Unterschied der Ausdehnungskoeffizienten zwischen Cu und Nb. In Abbildung 2.2 lässt sich die Beziehung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten als Funktion der Temperatur von Cu und Nb ablesen [2.21].

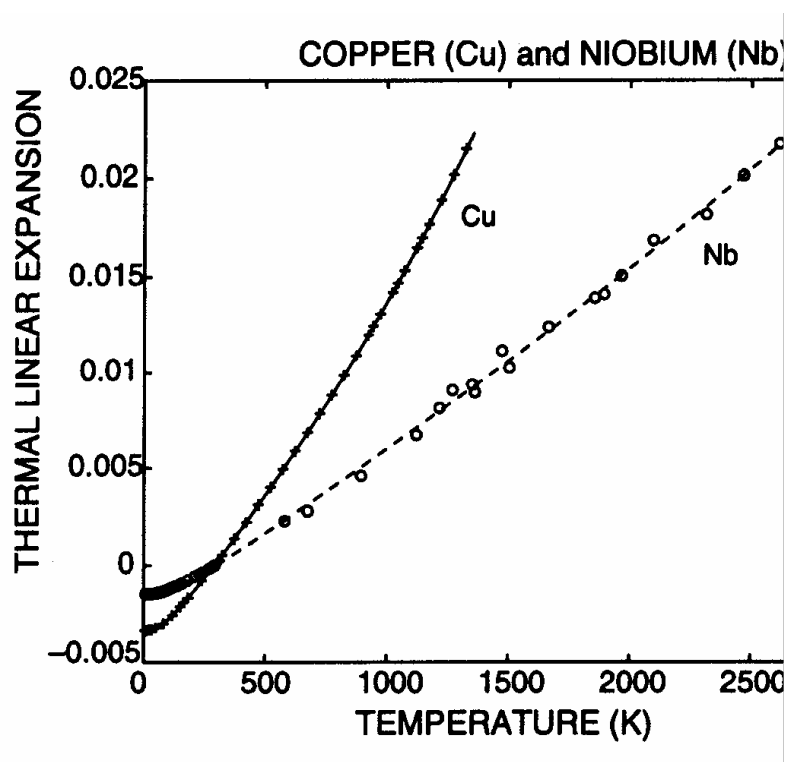


Abbildung 2.2 Thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Cu und Nb [2.21]

Für alle Verbundwerkstoffe sind die Phasengrenzflächen von besonderer Bedeutung und ganz besonders mögliche chemische Reaktionen zwischen den Phasen. Bei einer thermischen Behandlung muss die Wechselwirkung zwischen Cu und Nb charakterisiert werden. Das Zustandsdiagramm Kupfer – Niob zeigt die Mischbarkeit der Komponenten (Abbildung 2.3). Es ist deutlich erkennbar, dass in diesem System eine sehr breite Mischungslücke bis zu sehr hohen Temperaturen stabil ist. Die beide Komponenten, Cu und Nb, sind im festen Zustand nur in geringem Maß ineinander löslich. Sogar bei einer Temperatur von 1080°C löst sich nur 0,1% Niob in Kupfer und ca. 1,2 % Kupfer in Niob. Chemische Verbindungen zwischen beiden Elementen (intermetallische Verbindungen) sind nicht bekannt.

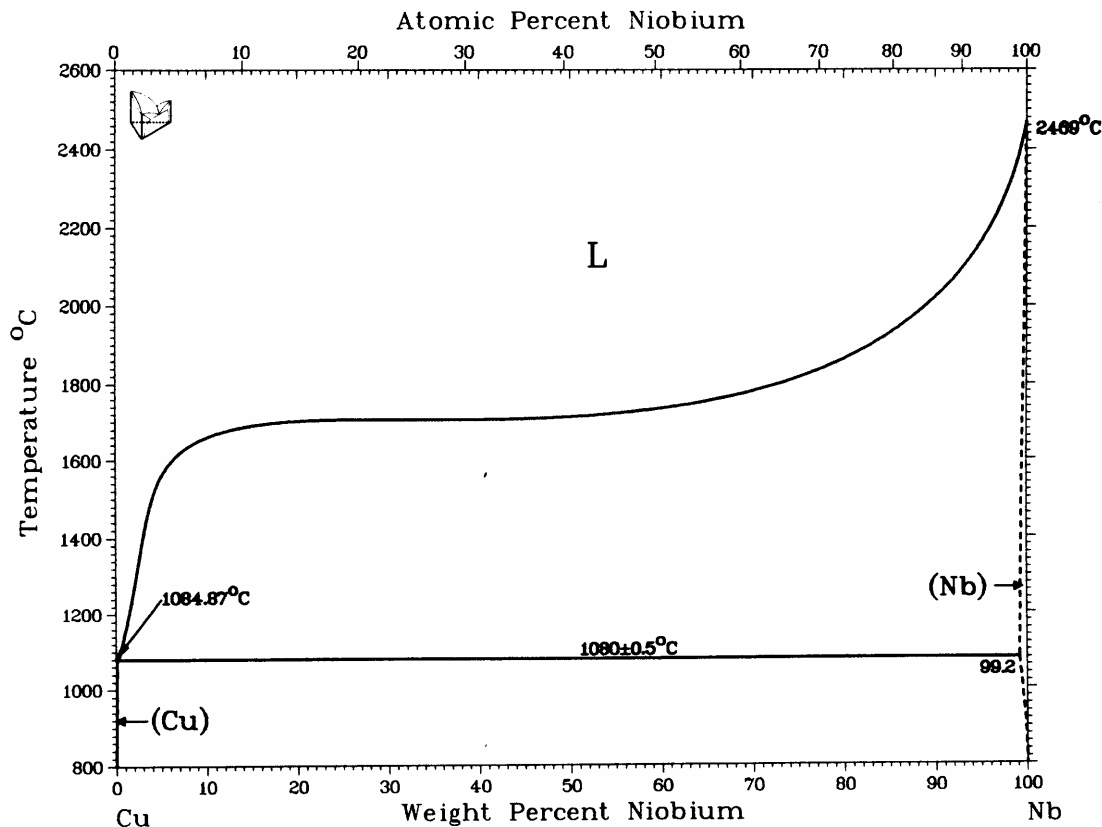


Abbildung 2.3. Zustandsdiagramm (Phasendiagramm) Kupfer – Niob [2.22]

2.2. Cu-Nb Verbundwerkstoffe

2.2.1. Gefüge von Cu-Nb Verbundwerkstoffen

Weil die beiden Komponenten, Cu und Nb, im festen Zustand de facto getrennt vorliegen (Abbildung 2.2), wird die Verformung innerhalb der beiden Phasen geschehen. Da beide Metalle ein gutes Umformverhalten haben, wird dies auch beim Verbundwerkstoff erwartet, was bei Faser- oder Partikel verstärkten Metall- Matrix- Verbundwerkstoffen (z. B. Cu-Al₂O₃, Kupfer-Kohlefaser) nicht der Fall ist. In diesen Fällen gibt es eine leichter verformbare Komponente (das Metall) und eine unverformbare Komponente (z.B. die keramische Faser).

Für die Herstellung von Verbundwerkstoffen gibt es zahlreiche Verfahren. In dieser Arbeit wurde ein pulvermetallurgischer Prozess verwendet, der von reinen Metallpulvern beider

Komponenten ausgeht. Durch gemeinsame hohe Verformung von Pulvermischungen werden so genannten „Fasern“ während der Verformung erzeugt. Als in-situ Fasern werden die Komponenten bezeichnet, die voneinander abgegrenzt als lang gestreckte Partikel oder dünnen Fasern in Verformungsrichtung vorliegen. Mit zunehmendem Verformungsgrad verkleinern sich die Faserdurchmesser. In den Flächen senkrecht zur Verformungsrichtung weist die Mikrostruktur der Verbundwerkstoffe häufig ein „curling“ Gefüge auf, das auf die inhomogene Verformung der Komponenten des Verbundwerkstoffes zurückzuführen ist [2.23]. Dieses Verhalten wird nicht nur bei Cu-Nb Verbundwerkstoffe beobachtet, sondern auch in Cu-Ta, Cu-Cr, Cu-V oder Fe-Ag, Cu-Fe gefunden [2.3, -2.17, 2.24,-2.29]. Wie aus den genannten Systemen zu erkennen ist, wird dieses Phänomen nur in Verbundwerkstoffen der Kombination krz mit kfz gefunden. Metalle mit krz-Kristallstruktur Niob (Nb, Fe, Ta ...) besitzen eine $\langle 110 \rangle$ Fasertextur bei uniaxialer Verformung. Hosford beschreibt diese Verformung wie folgt [2.37]; Bei Bildung der $\langle 110 \rangle$ Fasertextur von krz – Metallen sind nur zwei Gleitrichtungen der vier $\langle 111 \rangle$ Gleitrichtungen parallel zur Verformungsrichtung aktiv. Diese Aktivierung der zwei symmetrischen Gleitensysteme ruft einen lokalen ebenen Verzerrungszustand (plane strain) hervor. Unter axialsymmetrischer plastischer Verformung wird die gekrümmte Ausbildung der Fasern im Querschnitt des Strangpresslings erzeugt. Diese Gefügebildung wird als „curling“ Struktur bezeichnet [2.13, 2.37].

2.2.2. Festigkeit von Cu-Nb Verbundwerkstoffen

Bedingt durch die gute Verformbarkeit der beiden Phasen (Cu und Nb) bleibt die faserartige Mikrostruktur auch bei hohen Verformungsgraden erhalten.

Diese Verbundwerkstoffe besitzen eine sehr hohe Zerreifestigkeit mit einer Anomalien der mechanischen Eigenschaften, die nicht durch die Mischungsregel (the linear rule of mixtures – ROM) [2.6 - 2.17] beschrieben werden kann.

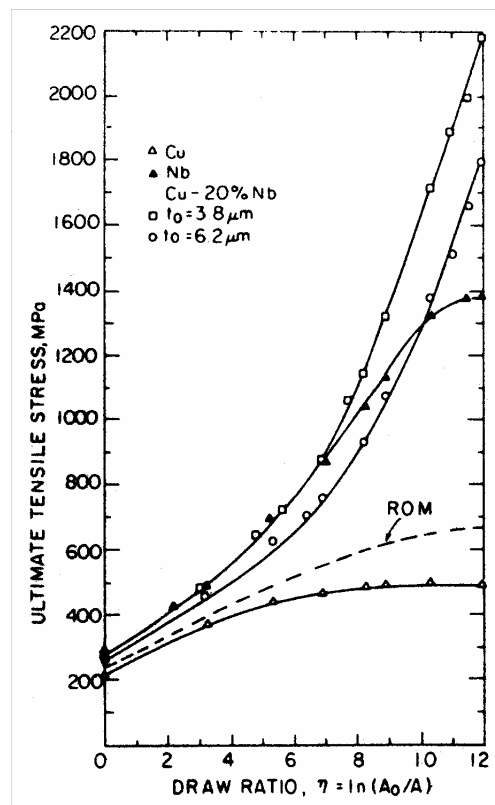


Abbildung 2.4. Schematische Darstellung der Beziehung von Festigkeit und Verformungsgrad bei reinem Kupfer, reinem Niob und Cu-20 Masse % Nb Verbundwerkstoffen [2.25]

Die Abbildung 2.4. zeigt die Beziehung von Festigkeit und Verformungsgrad für reines Kupfer, reines Niob und einen Cu-20 Masse % Nb Verbundwerkstoff [2.25]. Je höher die Verformungsgrade sind, und entsprechend feiner der Faserverband wird, umso größer sind die Festigkeiten und desto größer werden die Abweichungen von der Mischungsregel für die Cu-20 Masse % Nb Verbundwerkstoffen. Bei sehr starker Verformung und mit sehr kleinen Faserdurchmesser können sogar annähernd ideale Festigkeiten von Cu und Nb bei Cu-Nb Verbundwerkstoffen angetroffen werden [2.7]. In Fe-Ag und Fe-Cu Verbundwerkstoffen werden diese Anomalien der Eigenschaften auch gefunden [2.24, 2.38, 2.39].

2.2.3. Verfestigungsmodelle

Um die Festigkeit der Metall – Metall- Verbundwerkstoffe zu beschreiben und zu bestimmen, wurden viele Modelle entwickelt.

1. Mischungsregel (ROM- Rule of Mixture) [2.1, 2.2, 2.15, 2.30]

Mit den Komponenten A und B wird die Zugfestigkeit (σ_{ROM}) der Verbundwerkstoffe nach der linearen Mischungsregel beschrieben:

$$\sigma_{ROM} = f_A \sigma_A^0 + f_B \sigma_B^0 \quad (Gl.2.1)$$

f_A, f_B - Volumenanteil separat von A und B Komponenten, $f_A + f_B = 1$,
 σ_A^0, σ_B^0 - Zugfestigkeit separat von A und B Komponenten.

Bei dieser Formel werden die Wechselwirkungen der beiden Komponenten des Werkstoffs nicht berücksichtigt.

2. Versetzungsmodell [2.31]

Die Festigkeit der Verbundwerkstoffe lässt sich während der Verformung wie folgt beschreiben:

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha \times M \times G \times b \times (\rho)^{1/2} \quad (Gl.2.2)$$

σ_0 - Reibungsspannung, α - Konstante, M- Taylorfaktor, G – Schubmodul,
 b - Burgersvektor, ρ - Versetzungsdichte.

Dieses Modell gilt nur für die Verfestigung während der Verformung des Werkstoffs.

3. Barriere Modell [2.17, 2.31]

Mit der Berücksichtigung der Phasengrenzen wird die Festigkeit der Verbundwerkstoffe wie folgt berechnet:

$$\sigma = \sigma_0 + (1,6m)^{1/2} \times \alpha \times M \times G \times b \times (\lambda)^{-1/2} \quad (Gl.2.3)$$

m - Versetzungsdichte in der Grenz der Phasen, λ – Dick des Filaments der Phasen.

Mit diesem Modell wird die Festigkeit des Werkstoffs durch die feinen Filamente erklärt.

4. Hall - Petch - Beziehung [2.30, 2.32, 2.33]

Korn- und Phasengrenze sowie Korn- und Phasengröße sind wichtige Einflussgrößen für die Festigkeit:

$$\sigma = \sigma_0 + k_y \times d^{-\frac{1}{2}} \quad (\text{Gl.2.4})$$

hier $\sigma_0 = \sigma_{\text{ROM}}$,

k_y - Konstante als Korngrenzenwiderstand (oder Koeffizient),

d - Mittlere Durchmesser der Phasengrößen hier.

Die Hall - Petch - Formel ist eine berühmte Formel, die nur die Verfestigung durch Phasen- oder Korngröße erklärt.

5. Spitzig und Krotz -Beziehung [2.17, 2.25]

Mit der Berücksichtigung der Phasengrenzen und des Verformungsgrades (η) wird die Festigkeit (σ) der Cu-20 Masse %Nb Verbundwerkstoffe mit folgender Formel beschrieben:

$$\sigma = 82 + 459 \times (d_0)^{-\frac{1}{2}} \times \exp\left(\frac{\eta}{5,4}\right) \quad (\text{Gl.2.5})$$

d_0 - Mittlere Durchmesser von Nb- Phasen.

Im Vergleich zum Hall – Petch –Modell wird hier nur ein technischer Parameter (Verformungsgrade (η)) mehr eingeführt. Mit diesem Modell können nicht die physikalischen Mechanismen der Verformungsverfestigung erklärt werden.

6. Raabe und Hangen - Beziehung [2.14, 2.17]

Mit dieser Beziehung wird die Festigkeit (Streckgrenze $\sigma_{0,2}$) der Cu - Nb Verbundwerkstoffe in zwei Teile (σ_{ROM} und $\Delta \sigma$) aufgeteilt:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_{\text{ROM}} + \Delta \sigma \quad (\text{Gl.2.6})$$

$\Delta \sigma$ - Anteil der Verfestigung.

$$\Delta \sigma = (0,8 + 0,2 * U) * \left(-\frac{4,25 \text{MPa}}{M_{Nb}} * U + \sqrt{\left(\frac{4,25 \text{MPa}}{M_{Nb}} * U \right)^2 + 5,9 \text{MPa}^2 * \left(9,25 - \frac{\eta}{2} \right)} \right) * \exp\left(\frac{\eta}{2}\right)$$

hierbei wird angenommen, dass

$$U \equiv \frac{\sigma_{ROM}^{Nb}}{\sigma_{ROM}^{Cu}} = \frac{\Delta\sigma^{Nb}}{\Delta\sigma^{Cu}}$$

σ_{ROM}^{Nb} - Streckgrenze des reines Niobs,

σ_{ROM}^{Cu} - Streckgrenze des reines Kupfers,

$\Delta\sigma^{Nb}$ - zusätzlicher Wert der Festigkeit von Nb gegenüber dem reinen Nb nach Verformung,

$\Delta\sigma^{Cu}$ - zusätzlicher Wert der Festigkeit von Cu gegenüber dem reinen Cu nach Verformung,

M_{Nb} - Taylorfaktor von Nb .

Dadurch kann die Festigkeit der Cu-Nb Verbundwerkstoffe während der Verformung simuliert werden [2.34, 2.35].

Weitere Modelle (z.B.: Modell der inhomogenen Verformung) sind ausführlich in der Literatur [2.31, 2.36] beschrieben worden, auf die hier nicht näher eingegangen wird.

Mit den dargestellten Modellen können die Festigkeit und das Verfestigungsverhalten der Cu-Nb Verbundwerkstoffe während der Verformung nur teilweise erklärt werden.

2.3.Ziel der vorliegenden Arbeit

Die Arbeiten, die im Rahmen dieser Dissertation an einem Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoff durchgeführt wurden, sind von hohem wissenschaftlichen Interesse für Paralleluntersuchungen an Cu – Nb Verbundrohren zur Herstellung von Linearbeschleunigereinheiten für den TESLA - Beschleuniger..

Ziel der vorliegenden Arbeit in Bezug auf den Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoff war die Untersuchung der kristallographischen Textur und der thermischen Spannungen nach Tief- und Hochtemperaturbehandlungen zwischen -269°C (Einsatztemperatur der Linerbeschleunigereinheiten) und +1000°C (Glühtemperatur zur Optimierung der Nioboberfläche). Die Untersuchungen erfolgten mittels Neutronenbeugung (Zweiphasenwerkstoff, Globaleigenschaften, zerstörungsfreie Spannungsanalyse in den drei Hauptrichtungen).

Neben Untersuchungen der kristallographischen Textur und der thermischen Spannungen wird die Mikrostruktur dargestellt. Besondere Bedeutung hat dabei die Betrachtung der Partikelbildung und der Korngrößen. Mit Neutronenstrahlen lassen sich die Korngrößen bestimmen.

Darüber hinaus wurde für jede Phasen die Mikrohärtigkeit direkt gemessen. Durch die Auswertung der Mikrohärtigkeit der Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe werden die Mechanismen der Verfestigung dargestellt und diskutiert.

3. Probenherstellung und Mikrostruktur

Die Charakterisierung der Mikrostruktur bildet einen Schwerpunkt bei der Beurteilung des Verbundcharakters des Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffs. Dieses Kapitel wird in zwei Teile untergegliedert. Im ersten Teil wird die Probenherstellung dargestellt. Der zweite Teil beschreibt ausführlich die Mikrostrukturuntersuchungen.

3.1. Probenherstellung

Die Probe wurde auf pulvermetallurgischem Wege hergestellt. Die Pulvermetallurgie hat den Vorteil, dass auch Metalle mit sehr großem Unterschied bezüglich ihrer Schmelztemperatur (zum Beispiel Al 660°C, Cu 1084°C und Nb 2477°C) oder eingeschränkter bzw. nicht vorhandener Mischbarkeit im festen Zustand in jedem beliebigen Verhältnis gemischt werden können. Ausgangspunkt für die Probenherstellung bildeten die Pulver der reinen Elemente, technisches Cu-Pulver der Reinheit 99,7 mit Partikeldurchmessern von kleiner 130 µm und technisches Nb-Pulver der Reinheit 99,9 mit Partikeldurchmessern von 100 – 300 µm. Das Mischen der Pulver erfolgte unter Schutzgas (Argon) im Verhältnis 1:1. Nach dem Homogenisieren wurde die Pulvermischung zu einem Zylinder von 50mm Durchmesser vorkompaktiert, dem so genannten Grünling, und bei Raumtemperatur durch Rechteckmatrizen stranggepresst. Der Strang hatte einen Querschnitt von 10 x 20 mm². Abbildung 3.1 zeigt diese Übersicht der Probenherstellung. In Abbildung 3.2 wird die originale hergestellte Probenplatte dargestellt.

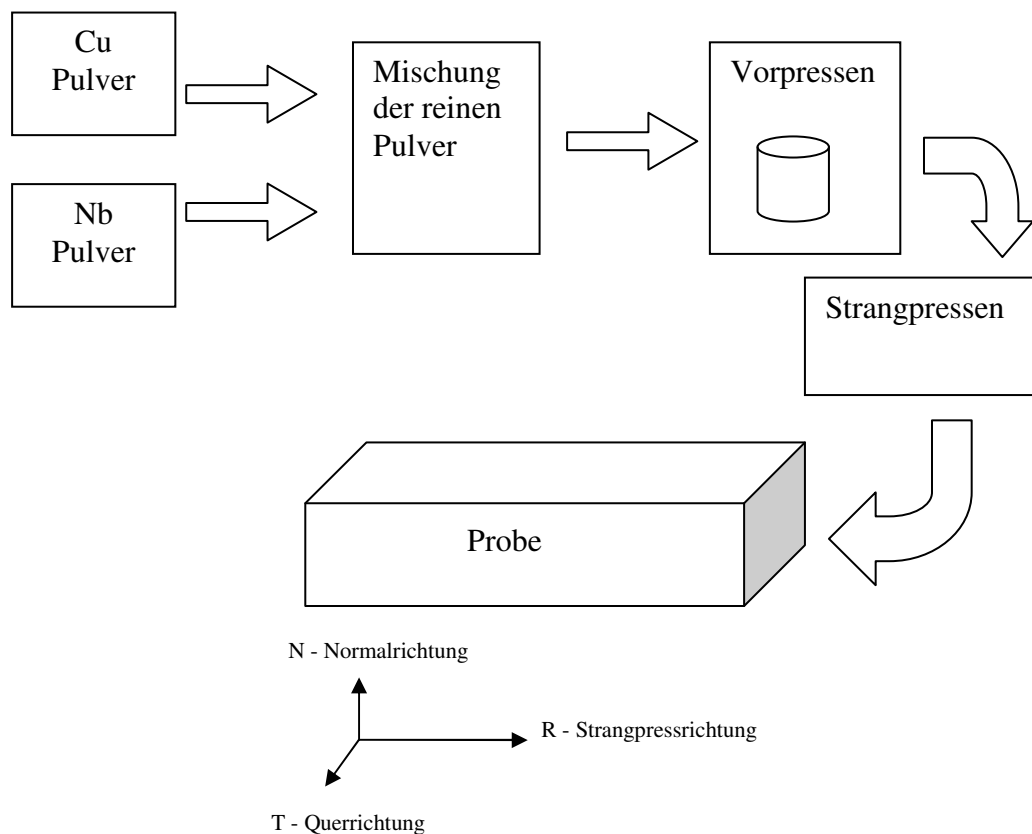


Abbildung 3.1. Prozedur zur Probeherstellung des Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffs

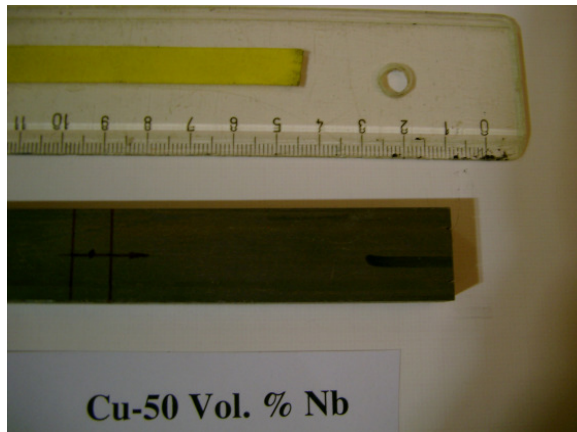


Abbildung 3.2. Strangepresste Platte aus
Cu-50Vol.%Nb

Aus dem Strang wurden 13 identische Würfel mittels Elektrofunkenerodierung präpariert. Tabelle 3.1 gibt eine Übersicht der thermischen Probenbehandlungen der einzelnen Würfelproben. Die würfeligen Proben Nr. 1-13, die aus der Mitte des 20mm breiten Stranges präpariert wurden (siehe Abbildung 3.3.), wurden für Texturuntersuchung, zur Bestimmung von Eigenspannungen und zur Ermittlung von Korngrößen eingesetzt. Die Proben aus dem Rand des Stranges, Proben 11 bis 132, wurden für mikroskopischen Untersuchungen und zur Messungen der Mikrohärtigkeit ausgenutzt. Abbildung 3.3 zeigt das Schema der Probenaufteilung.

Tabelle 3.1. Behandlungen der einzelnen Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffproben

Proben	Behandlungsverfahren (Kalt- und Wärmebehandlungen)
Probe 1 (11,12)	RT (Raum Temperatur)
Probe 2 (21,22)	200°C/2h
Probe 3 (31,32)	400°C/2h
Probe 4 (41,42)	800°C/2h
Probe 5 (51,52)	800°C/2h+ -196°C/2h
Probe 6 (61,62)	800°C/2h+ -269°C/2h
Probe 7 (71,72)	1000°C/2h
Probe 8 (81,82)	1000°C/2h + -196°C/2h
Probe 9 (91,92)	1000°C/2h + -269°C/2h
Probe 10 (101,102)	-196°C/2h
Probe 11 (111,112)	-269°C/120h (Test)
Probe 12 (121,122)	Test
Probe 13 (131,132)	- 269°C/2h

Die Probenbehandlungen sind in Tabelle 3.1. dargestellt. Dabei wurden die Hochtemperaturwärmebehandlungen in einem Vakuumofen (bei DESY) durchgeführt. Das Abkühlen erfolgte in dem Vakuumofen. Die Tieftemperaturbehandlungen wurden in einem speziellen Kühlwerk bei DESY (Deutsches Elektronen – Synchrotron) durchgeführt. In dem Kühlwerk wurde Stickstoff bzw. Helium als flüssiges Kühlmittel verwendet.

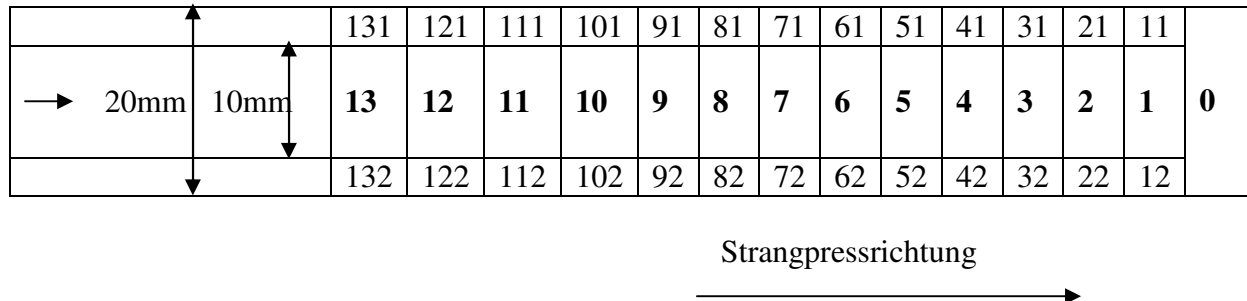


Abbildung 3.3. Schematische Darstellung der Probenliste :
Proben 1-13: 10×10×10 mm³; Proben 11-132:10×10×5 mm³

3.2. Mikrostrukturuntersuchung

Die Untersuchungen der Mikrostruktur erfolgten sowohl mittels Lichtmikroskop (LM) und Rasterelektronmikroskop (REM).

3.2.1. Präparation der Proben

Für die Mikrostrukturuntersuchungen wurden jeweils zwei Probenorientierungen, eine in Strangpressrichtung (Längsrichtung) und eine in Querrichtung, in Demotec 70 eingebettet. Der Feststoff Demotec 70 ist elektrisch leitend. Danach wurden die eingebetteten Proben mit einer Maschine vom Typ MotopolTM 2000 geschliffen. Es wurde SiC - Papier der Körnungen 320, 500, 800, 1000, 1200 und 2400 mit abnehmender Stufe nacheinander eingesetzt. Die Geräteparameter betrugen 300U/min und 5N/Probe bei einer Schleifzeit von jeweils zwei Minuten. Anschließend wurden die geschliffenen Proben mit einer Diamantpaste der Körnung 3 µm ebenfalls mit der Maschine MotopolTM 2000 poliert. Die Geräteparameter für die erste Polierstufe waren 150U/min, 5N/Probe und eine Polierzeit von vier Minuten. Schließlich wurden die Proben mit Diamantpaste der Körnung 1 µm weiter poliert. Die Dauer betrug ebenfalls vier Minuten.

Zunächst wurden die lichtmikroskopischen Untersuchungen an den polierten Proben vorgenommen, bei denen Partikelgrößen und -formen der Cu- und der Nb-Partikel bestimmt wurden. Die Aufnahmen wurden mit dem Lichtmikroskop MeF3 der Firma Reichert – Jung durchgeführt.

Um die Korngrößen und –formen der Cu-Partikel zu bestimmen, wurden die polierten Proben zusätzlich geätzt. Hierzu wurde 1g Kupferammoniumchlorid und ca. 60ml Wasser verrührt, bis sich eine hellblaue Farbe Ätzmittels einstellte. Außerdem wurde soviel Ammoniak beigegeben bis die Lösung tiefblau war und keine Fällung mehr auftrat. Nach dieser Behandlung traten die Korngrenzen innerhalb der Cu-Partikel deutlich hervor. Die folgende

Bestimmung der Korngrößen und -formen der Cu-Phase konnte ebenfalls mit dem Lichtmikroskop MeF3 der Firma Reichert – Jung durchgeführt.

Um die Phasengrenzen zwischen den Cu- und Nb-Partikeln zu beobachten, wurden die geätzten Proben mit einem zweiten Ätzmittel behandelt. Die Tiefenätzung mit einer Lösung aus 50 Vol. % Phosphorsäure und 50 Vol. % Wasser wurde elektrisch bei 15V Volt mit der Anlage Lechtropol – 5 der Firma Struers durchgeführt. Für jede Probe wurde eine Ätzzeit von vier Minuten benötigt. Nach der Tiefenätzung wurden die Mikrostrukturen der einzelnen Proben mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM - DSM962 der Firma Zeiss) untersucht.

3.2.2. Partikelgrößen der Cu- und Nb- Partikel nach dem Strangpressen

Mit den polierten Proben können die Partikelgrößenbereiche der Cu- und der Nb- Partikel im Lichtmikroskopie bestimmt werden. Abbildung 3.4 zeigt die Aufnahmen des Ausgangszustandes, des bei Raumtemperatur stranggepressten Verbundwerkstoffes im Längsschliff und im Querschliff. Die helle Cu-Phase hebt sich deutlich von der relativ dunklen Nb-Phase ab. Vor dem Strangpressen sind die Cu - Partikel bzw. die Nb –Partikel annähernd kugelförmig bis spratzig (Cu). Aufgrund der verschiedenen Gitterstrukturen von Cu (kfz) und von Nb (krz) liegen unterschiedliche Verformungseigenschaften vor. Für das kfz Gitter (Cu) gibt es 12 kristallographisch gleichberechtigte Hauptgleitsysteme vom Typ $\{111\}\langle 110 \rangle$.

Das krz Gitter (Nb) besitzt im allgemeine die Hauptgleitsysteme vom Typ $\{110\}\langle 111 \rangle$. Untergeordnet gibt es auch Gleitung in der krz Struktur auf $\{112\}$ und $\{123\}$ nicht dichteste gepackte Ebenen. Bei den Hauptgleitsystemen des Gitters sind die Gleitebenen in der Regel die Ebenen dichtester Besetzung [3.1, 3.2].

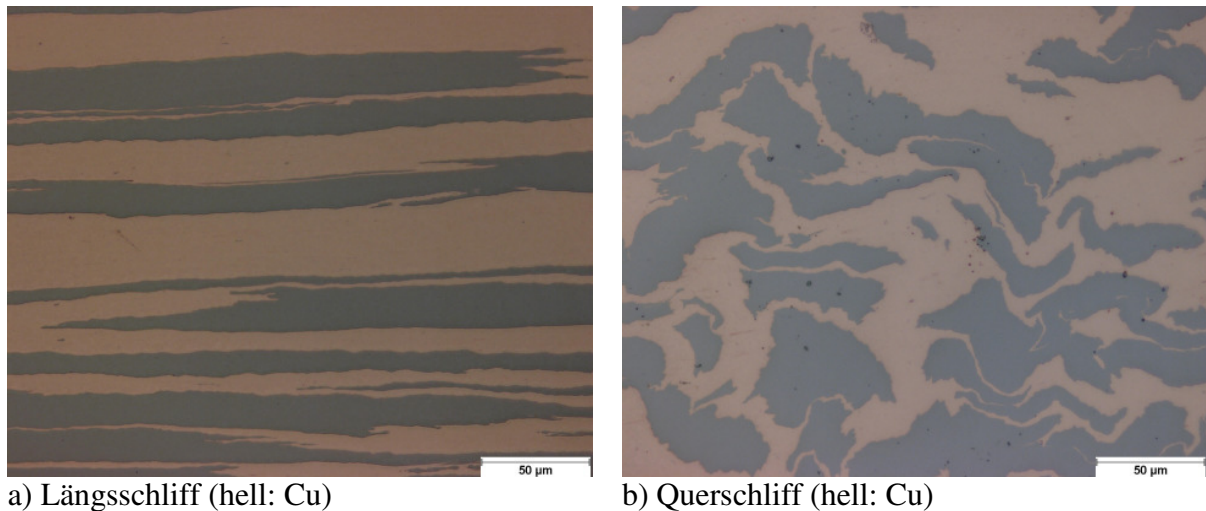


Abbildung 3.4. Lichtmikroskopische Aufnahmen bei RT
ohne Ätzung, 500:1 500x

In Abbildung 3.4a ist deutlich die längliche Ausrichtung der ehemals rundlichen Körner in Strangpressrichtung zu sehen. Der Durchmesser ist abhängig von der Ausgangskorngröße und vom Grad der Verformung. Die typischen rundlichen Querschnitte von Faserverbund-

werkstoffen wie sie Böcker für kfz-kfz Verbünde beschreibt [3.10], sind hier nicht zu beobachten. Vielmehr tritt eine innigere Verbindung auf, die als 'Curling Effekt' bezeichnet wird (siehe Abbildung 3.4b). Dieser Effekt wird bei vielen kfz-krz Verbünden beobachtet [3.3, 3.4, 3.5, 3.6, 3.7, 3.8] und ist Ziel vielfältiger Untersuchungen geworden um anomale Materialeigenschaften zu erklären. Abbildung 3.5 zeigt dieses Verhalten schematisch.

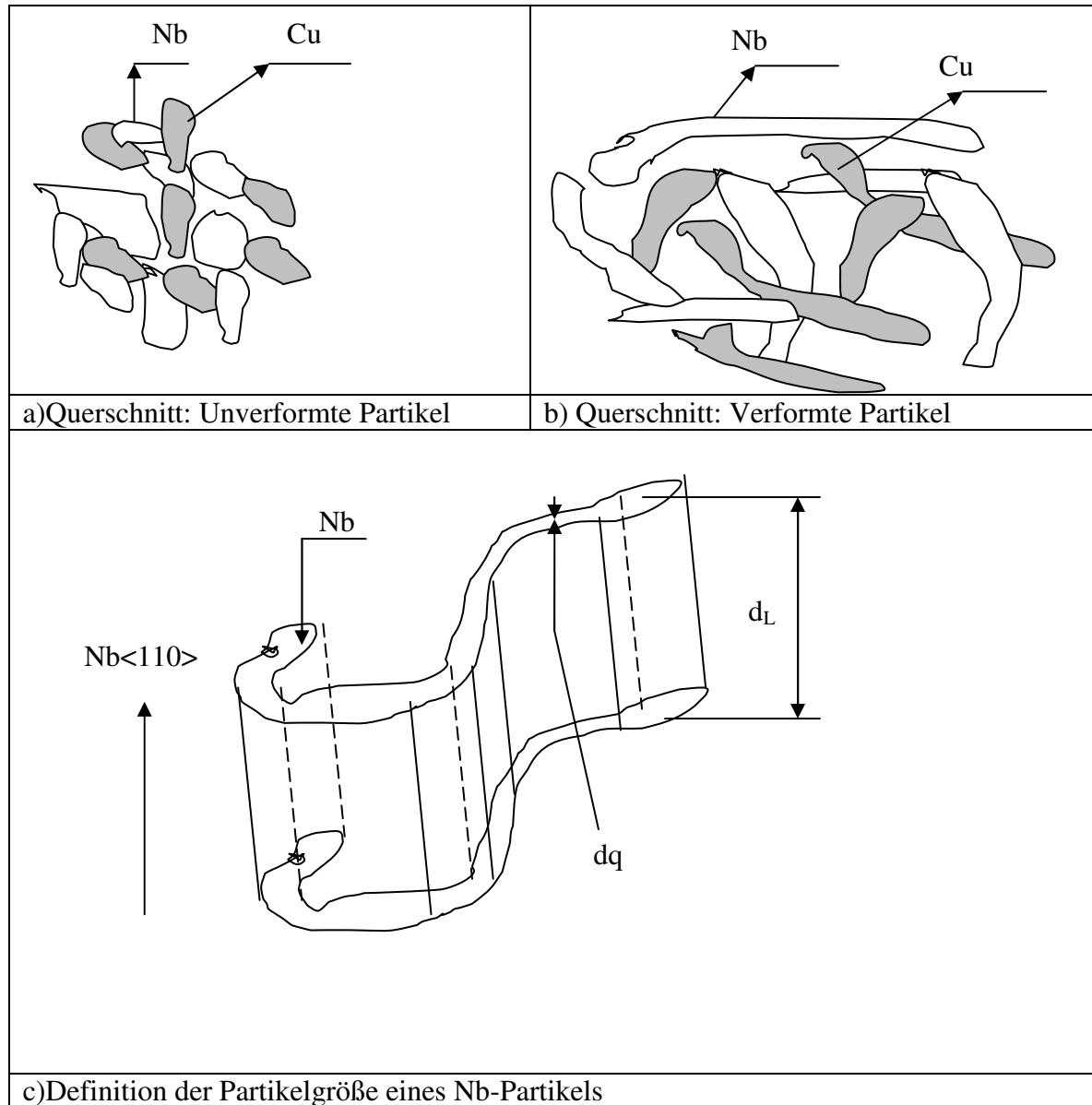


Abbildung 3.5. Darstellung und Definition der Partikelgröße

Auf Grund der 'Curling Struktur' ist die Bestimmung der Partikelgröße über die Partikellänge und den Partikeldurchmesser nicht möglich. So werden die Dicken (d_q) und Breiten bzw. Längen (d_L) dieser Bänder im Verhältnis zu den unverformten Partikeln, siehe Abbildung 3.5, dargestellt. Es ist wichtig die Variation der Dicke im Querschliff je Partikel zu berücksichtigen, so dass ein durchschnittlicher Dickenwert je Partikel für die komplizierte Partikelform ermittelt wird. [3.9].

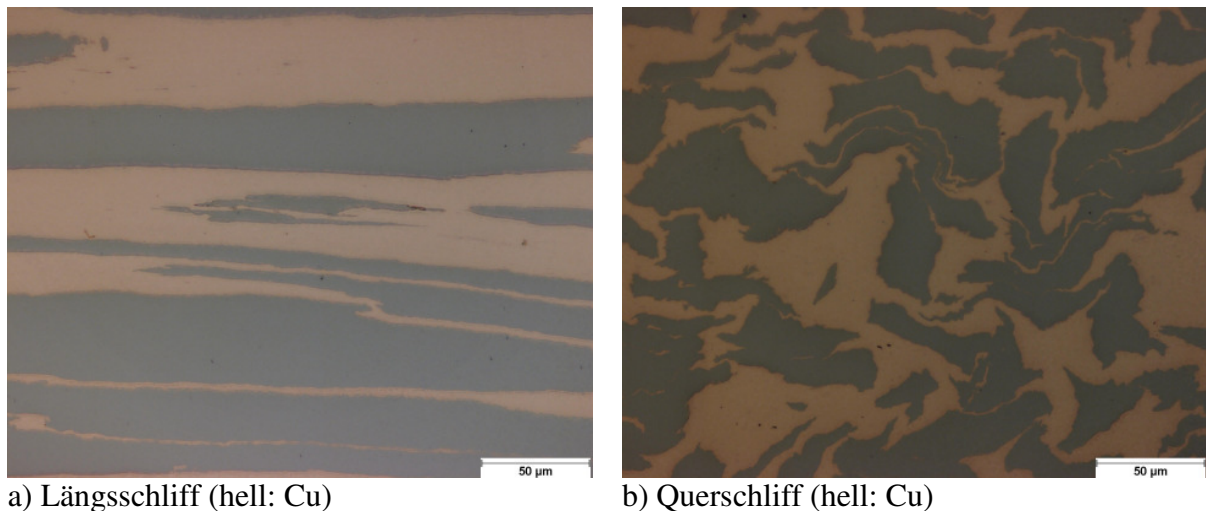
Zur weiteren Kennzeichnung der verformten Partikel wird das Verhältnis (η_p) aus Länge (d_L) und mittlerer Dicke (d_q) der verformten Partikel angegeben, und als Anisotropiefaktor

bezeichnet. Bei gleicher Dicke und Länge ergäbe sich ein Anisotropiefaktor von 1, während lange dünne Fäden einen hohen Wert bekommen, je nach Länge und Durchmesser.

$$\eta_p = \frac{d_L}{d_q} \quad . \quad (\text{Gl.3.1})$$

Für die Aufnahmen in Abbildung 3.4 betragen die durchschnittlichen Dicken der Cu- bzw. Nb-Partikel ca. 3 - 5 μm . Der Anisotropiefaktor für das kalt stranggepresste Material beträgt 1000 bis 5000 für beide Komponenten (Cu und Nb).

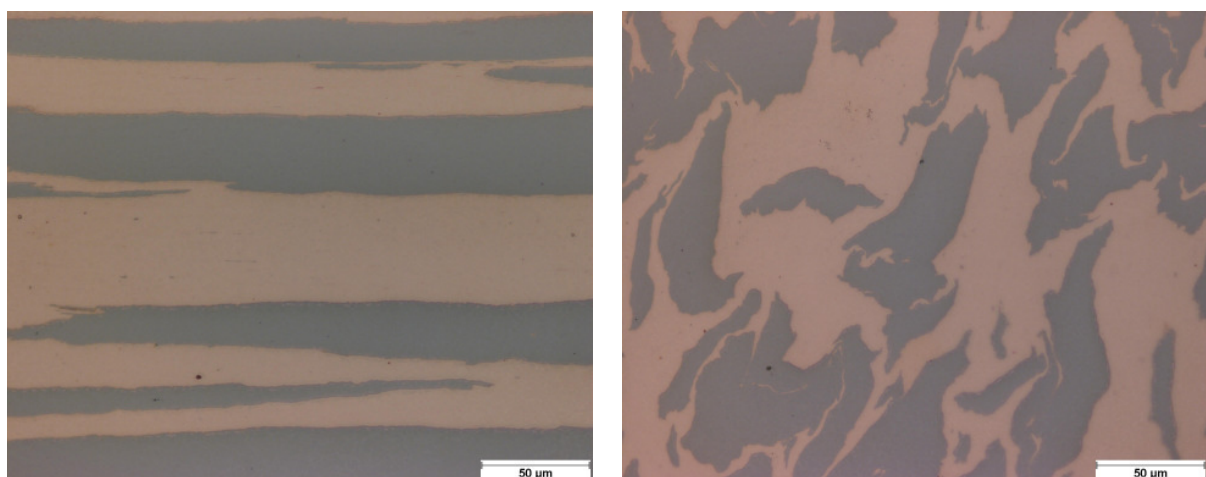
In den Abbildungen 3.6 und 3.7 werden die lichtmikroskopischen Aufnahmen des Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffes nach den Tieftemperaturbehandlungen von -196°C (77K) und -269°C (4K) dargestellt. Im Vergleich zur unbehandelten Probe (Abbildung 3.4) ändert sich der Anisotropiefaktor der Cu- bzw. Nb-Teilchen nicht.



a) Längsschliff (hell: Cu)

b) Querschliff (hell: Cu)

Abbildung 3.6. Mikrostruktur der Tieftemperaturprobe $-196^\circ/2\text{h}$: ohne Ätzung, 500:1 500x

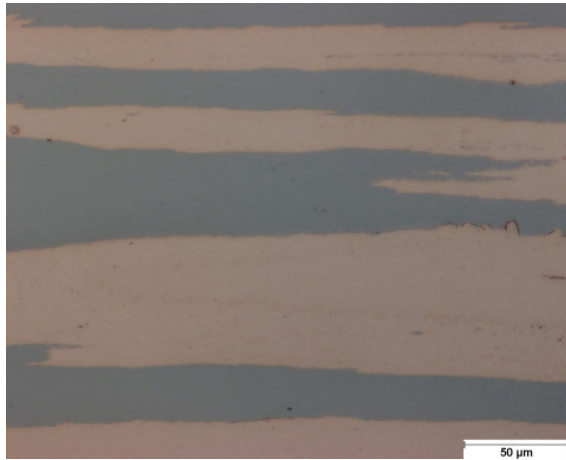


a) Längsschliff

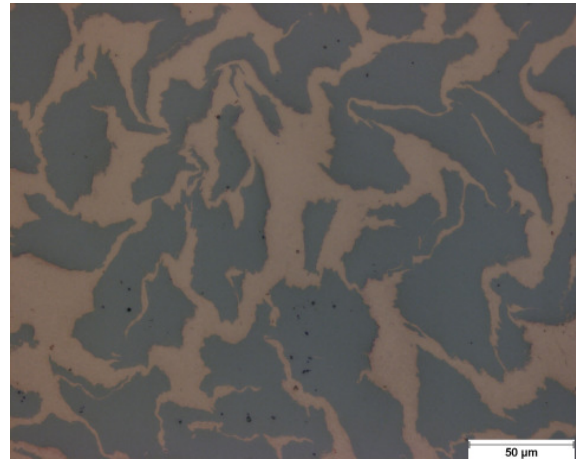
b) Querschliff

Abbildung 3.7. Mikrostruktur der Tieftemperaturprobe $-269^\circ/2\text{h}$: ohne Ätzung, 500:1 500x

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen der wärmebehandelten Proben bei Temperaturen von 200°C bis 1000°C sind in den Abbildungen 3.8 bis 3.11 gezeigt. Auch die Wärmebehandlungen führen zu keiner sichtbaren Änderung der Mikrostruktur und der daraus bestimmten Partikelgrößen bzw. des Anisotropiefaktors.

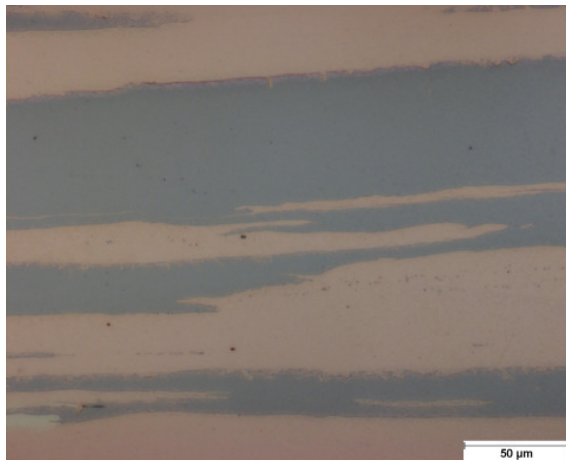


a) Längsschliff

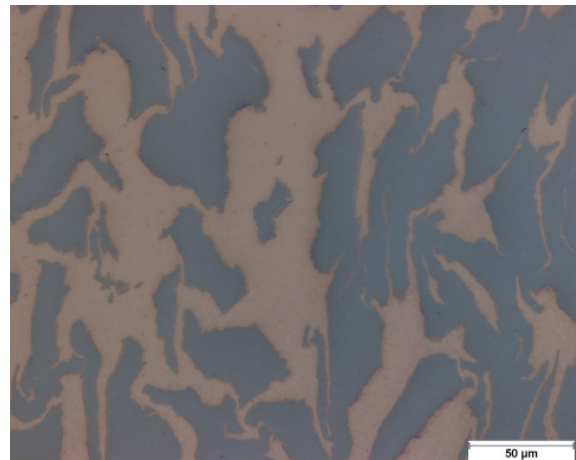


b) Querschliff

Abbildung 3.8. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (200°/2h):
ohne Ätzung, 500:1 500x.

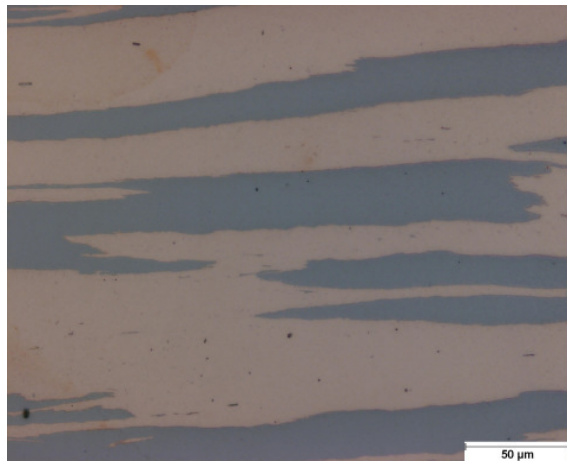


a) Längsschliff

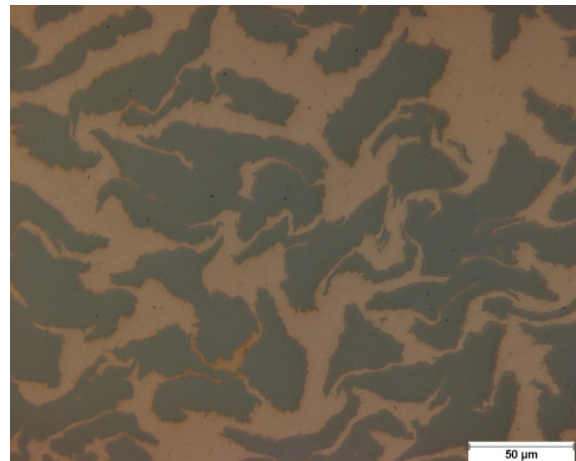


b) Querschliff

Abbildung 3.9. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (400°/2h):
ohne Ätzung, 500:1 500x.

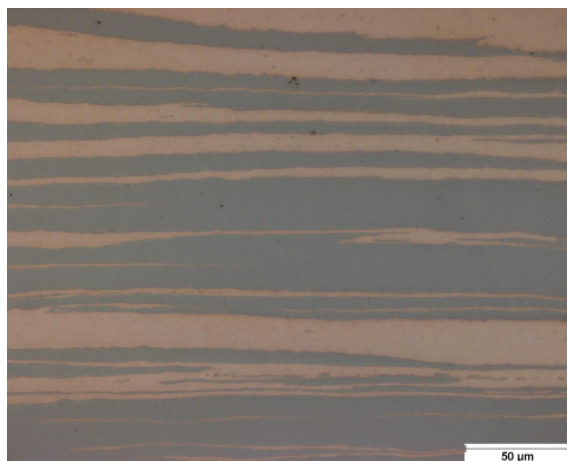


a) Längsschliff

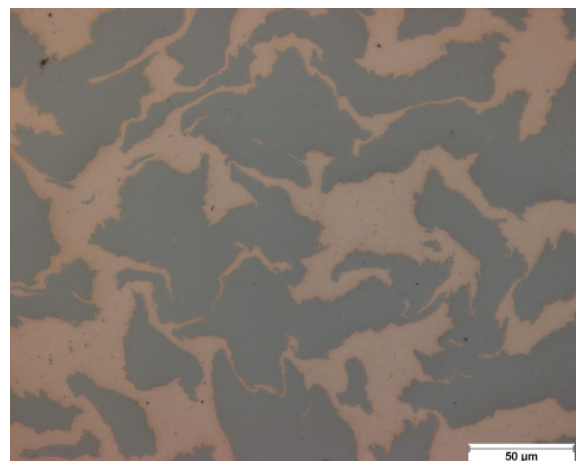


b) Querschliff

Abbildung 3.10. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (800°/2h):
ohne Ätzung, 500:1 500x.



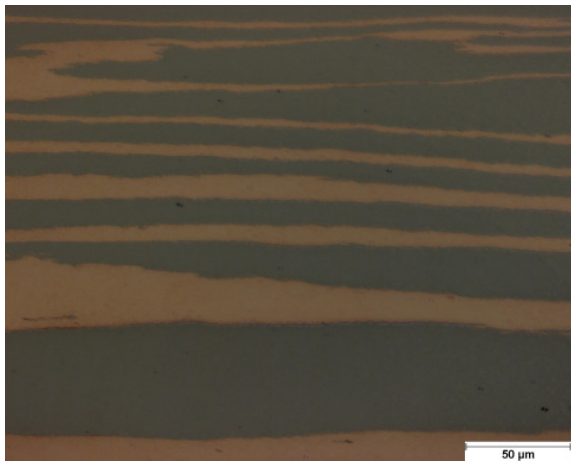
a) Längsschliff



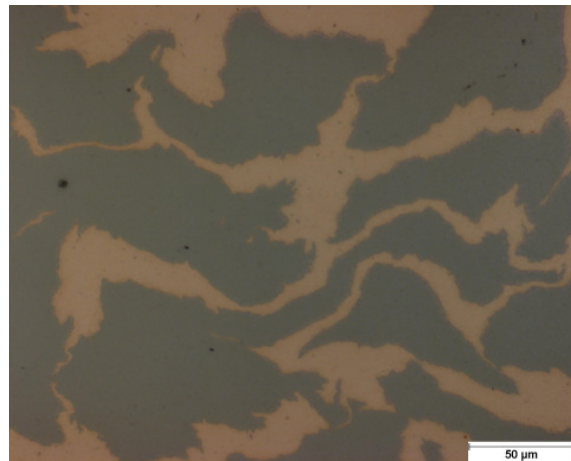
b) Querschliff

Abbildung 3.11. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (1000°/2h):
ohne Ätzung, 500:1 500x.

Es wurden kombinierte Wärmebehandlungen durchgeführt, wie sie der Herstellung und dem Einsatz von Cu-Nb Kavitäten bei Linearbeschleunigern entsprechen, Rekristallisationsglühungen bei 800°C bzw. 1000°C und Einsatz bei -269°C. Lichtmikroskopische Aufnahmen dieser Proben sind in den Abbildungen 3.12 bis 3.15 dargestellt. In der lichtmikroskopisch auflösbaren Mikrostruktur sind keine Änderungen beobachtbar.

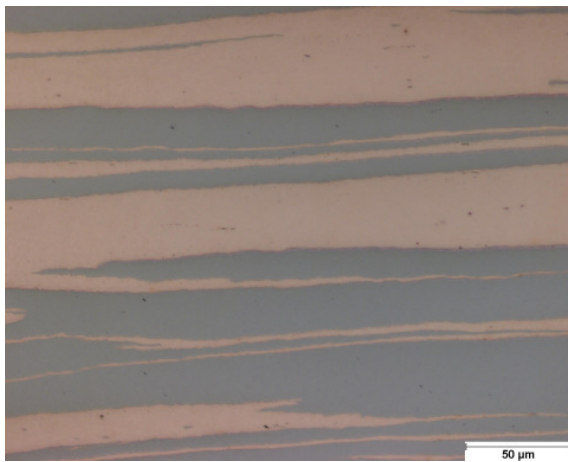


a) Längsschliff

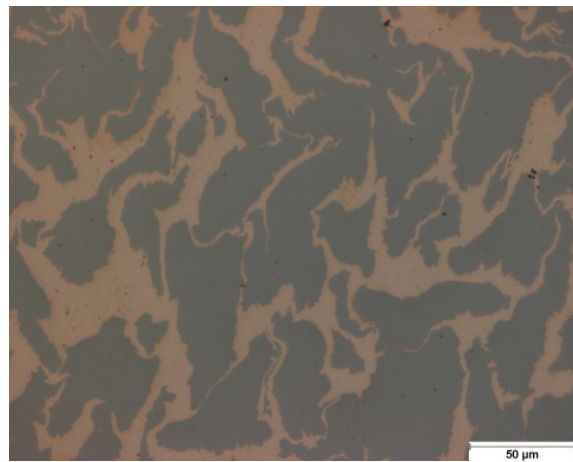


b) Querschliff

Abbildung 3.12. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (800°/2h plus -196°C/2h):
ohne Ätzung, 500:1 500x.

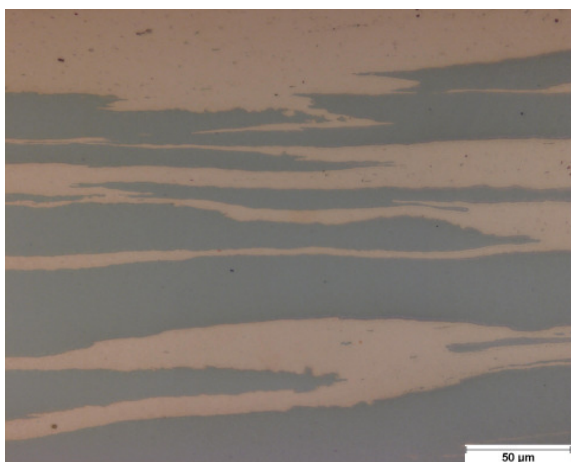


a) Längsschliff

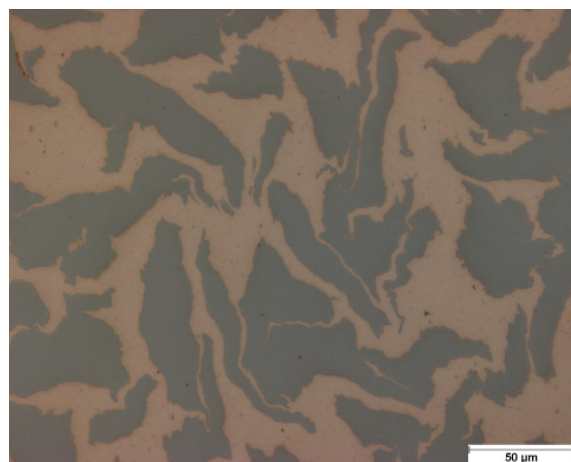


b) Querschliff

Abbildung 3.13. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (800°/2h plus -269°C/2h):
ohne Ätzung, 500:1 500x.



a) Längsschliff



b) Querschliff

Abbildung 3.14. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (1000°/2h plus -196°C/2h):
ohne Ätzung, 500:1 500x.

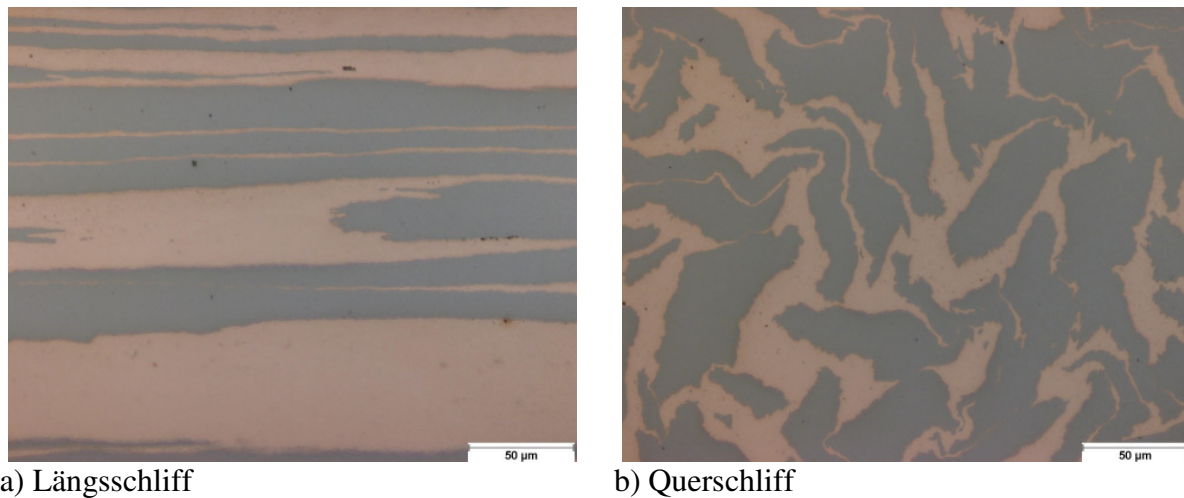


Abbildung 3.15. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe 1000°/2h plus -269°C/2h):
ohne Ätzung, 500:1 500x.

3.2.3. Korngrößen der Cu- und Nb- Partikel nach dem Strangpressen

Zu Beginn der Verformung liegen alle Partikel der Cu- und der Nb-Komponente als Ein- oder Polykristalle vor. Während des Strangpressprozesses wird das Material plastisch verformt. Die Verformung kann durch Grenzflächengleitung an Partikel- oder an Korngrenzen, durch kristalline Gleitprozesse oder durch Zwillingsbildung erfolgen. Dabei kann sich neben der Partikelgröße auch die Korngröße ändern. Rekristallisationsprozesse durch die Glühbehandlungen sind ebenfalls geeignet die Korngröße zu verändern. Im Rahmen der hier durchgeführten Versuche konnten nur die Korngrößen innerhalb der Cu-Partikel bestimmt werden. Für das Anätzen von Niobkorngrenzen wurde kein geeignetes Ätzmittel gefunden. Analog zur Ausrichtung der lang gestreckten Partikel in Strangpressrichtung werden auch lange Körner sowohl im Cu als auch im Nb erwartet, wie es bei vielen pulvermetallurgisch hergestellten in-situ Faserverbundwerkstoffen gefunden wird. In Abbildung 3.16 sind schematisch zwei neue Körner G1 und G2 in einem 'gecurlten' Partikel dargestellt. Im Gegensatz zur Partikelgrenzfläche Cu-Nb gibt es bei den Korngrenzflächen drei Varianten, Cu-Cu, Cu-Nb und Nb-Nb.

Analog zur Berechnung des Anisotropiefaktors (η_p) zur Beschreibung der Partikelform wird ein Anisotropiefaktor (η_f) definiert, der die Kornform widerspiegelt..

$$\eta_f = \frac{d_{fl}}{d_{fq}} \quad . \quad (Gl.3.2)$$

Abbildung 3.17 zeigt den Längs- bzw. Querschliff der stranggepressten Probe im Lichtmikroskop mit Anätzung des Kupfers. Die feinen Körner im Querschliff und die faserartigen einzelkristallinen Körner im Längsschliff sind deutlich zu erkennen. Der durchschnittliche Korndurchmesser im Querschliff der Cu Körner ist kleiner als 2 µm. Aus Abbildung 3.17 wurde der in Gleichung 3.2 definierte Anisotropiefaktor (η_f) berechnet. Aufgrund der geringeren Durchmesser der Körner im Vergleich zu den Partikeldurchmessern ist der Anisotropiefaktor etwas größer mit 2000-5000.

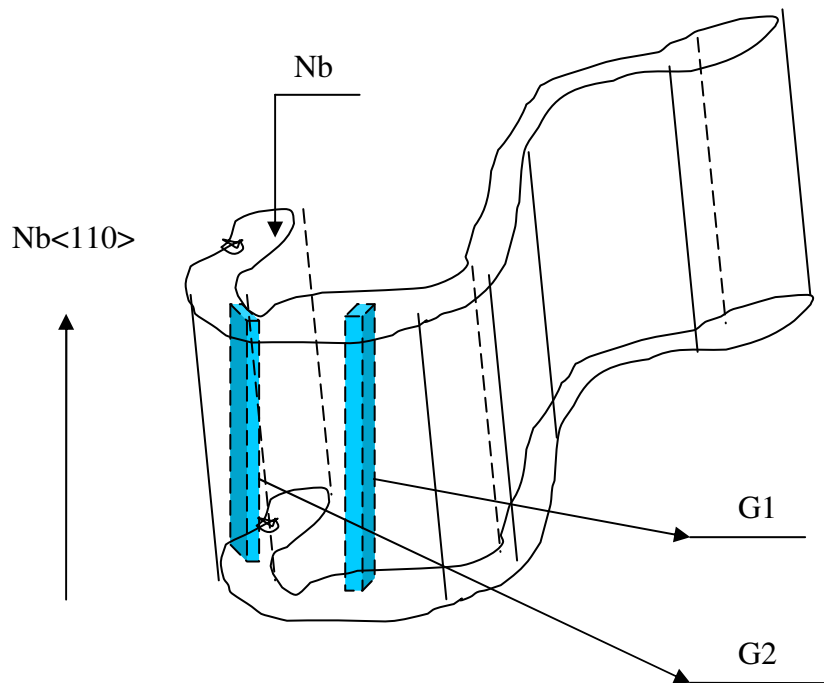
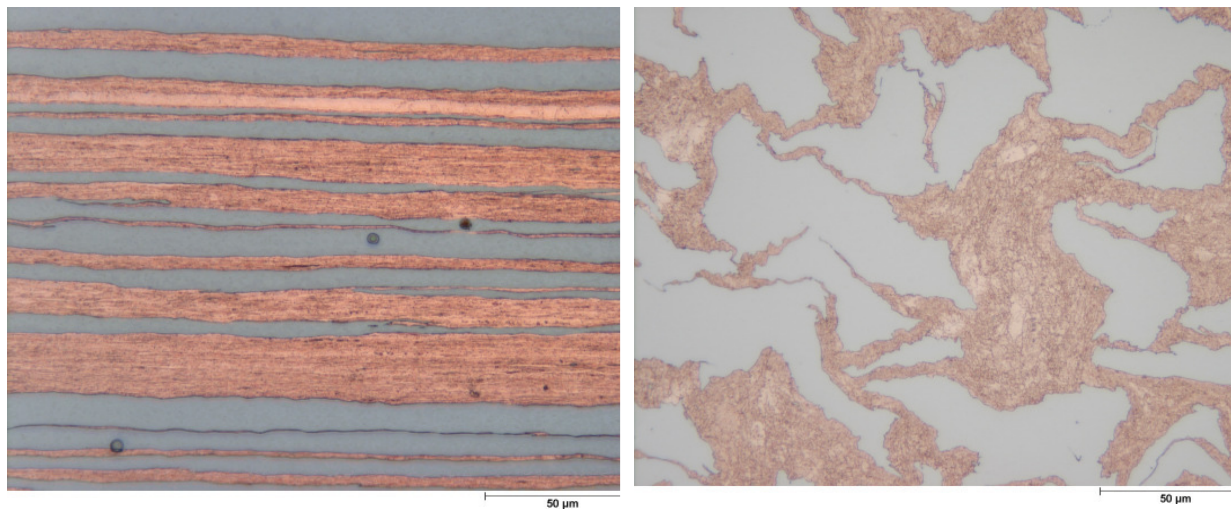


Abbildung 3.16. Schematische Darstellung der Körner über die verformten Partikel



a) Längsschliff

b) Querschliff

Abbildung 3.17. Mikrostruktur der Raumtemperaturprobe: Cu-Ätzung, 500:1 500x

Die Abbildungen 3.18 und 3.19 zeigen die tieftemperaturbehandelten Proben bei -196°C (77K) und -269°C (4K). Es gibt keine Änderungen bei den Korngrößen.

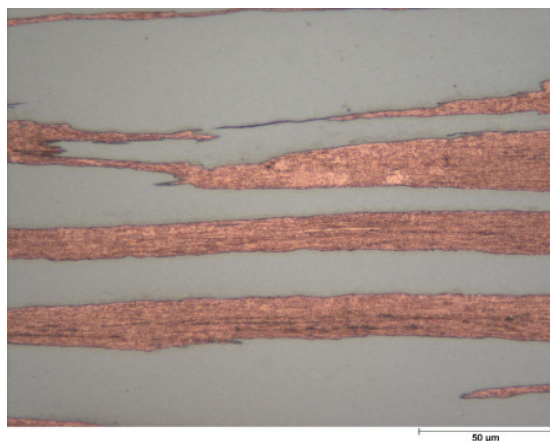
Nach der Wärmebehandlung von 2h bei 200°C ist eine Änderung der Korngröße eingetreten, wie in Abbildung 3.20 zu sehen ist. Bedingt durch die beginnende Rekristallisation, die sich auch in der kristallographischen Textur bemerkbar macht (siehe Kapitel 4), gibt es rekristallisierte Bereiche im Kupfer.

Abbildung 3.21 zeigt die Aufnahmen der Probe nach 400°C Wärmebehandlung. Deutlicher als bei 200°C ist die Rekristallisation im Cu zu erkennen. Besonders ausgeprägt ist dies an den Phasengrenzen zur Nb-Phase im Querschliff (Abbildung 3.21 b) und an den Korngrenzen des Längsschliffs (Abbildung 3.21a) zu sehen. Diese Situation gehört im Wesentlichen zur Keimbildungsstufe der Rekristallisation innerhalb Cu-Phasen. Der durchschnittliche Korndurchmesser in der Cu-Phase, wie im Querschliff zu sehen, ist größer als 3 µm. Vereinzelt werden Durchmesser bis zu ca. 10 µm beobachtet. Bei genauer Betrachtung bleiben auch die faserartigen Cu Körner im Längsschliff erhalten.

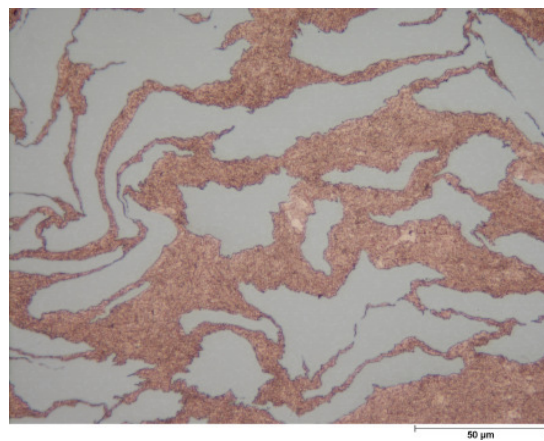
Die 2h/800°C behandelten Mikroskopieaufnahmen in Abbildung 3.22 zeigen im Vergleich zur 400°C behandelten Probe im Querschliff (senkrecht zur ursprünglichen Strangpressrichtung) keine wesentlichen Änderungen. Demgegenüber nimmt die Länge der Cu-Körner im Längsschliff ab. Innerhalb der lang gestreckten Cu-Partikel ist ein typisches Rekristallisationsgefüge mit kleinen Körnern zu erkennen. Es treten Körner mit Durchmessern < 3 µm auf.

Abbildung 3.23 zeigt die entsprechenden Aufnahmen nach Wärmebehandlung von 2h bei 1000°C. Es treten keine Veränderungen zur 2h/800°C getemperten Probe auf. Die rekristallisationsbedingte Änderung der Mikrostruktur bei der Cu-Phase ist bei 800°C schon abgeschlossen. Eine weitere Kornvergrößerung im Cu wird nicht beobachtet.

Die Abbildungen 3.24 und 3.25 zeigen die Aufnahmen der zunächst bei 800°C wärmebehandelten und anschließend bei tiefen Temperaturen (-196°C/2h und -269°C/2h) ausgelagerten Proben. Die Mikrostruktur entspricht der bei 800°C behandelten Probe ohne Tieftemperaturbehandlung. Gleiches gilt auch für die Wärmebehandlung bei 1000°C/2h mit anschließenden Tieftemperaturbehandlungen (-196°C/2h und -269°C/2h).

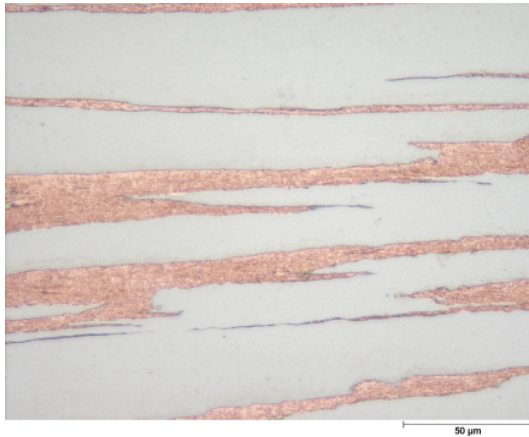


a) Längsschliff

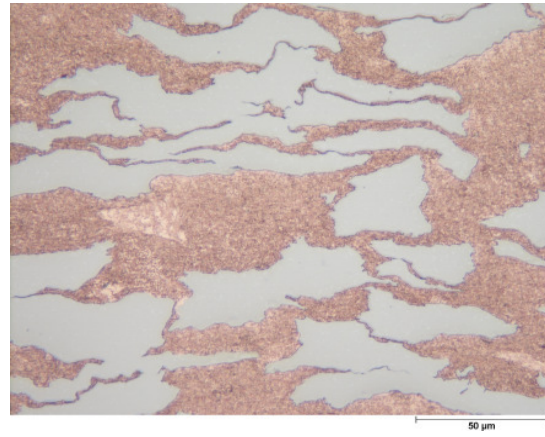


b) Querschliff

Abbildung 3.18. Mikrostruktur der Tieftemperaturprobe (-196°C/2h):
Cu-Ätzung, 500:1 500x

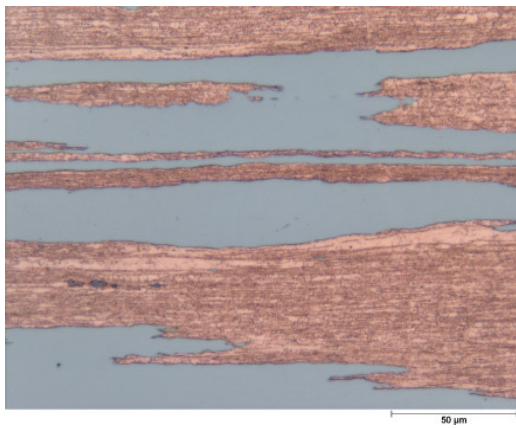


a) Längsschliff

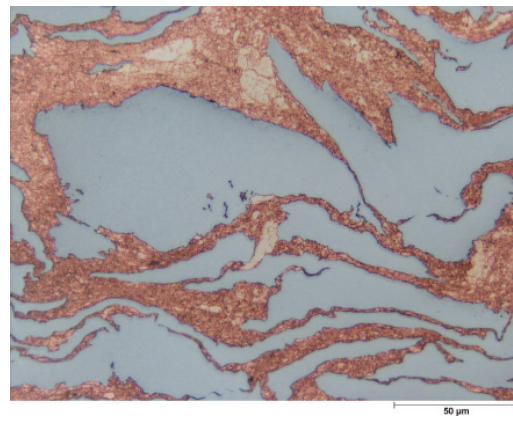


b) Querschliff

Abbildung 3. 19 Mikrostruktur der Tieftemperaturprobe ($-269^{\circ}\text{C}/2\text{h}$):
Cu-Ätzung, 500:1 500x

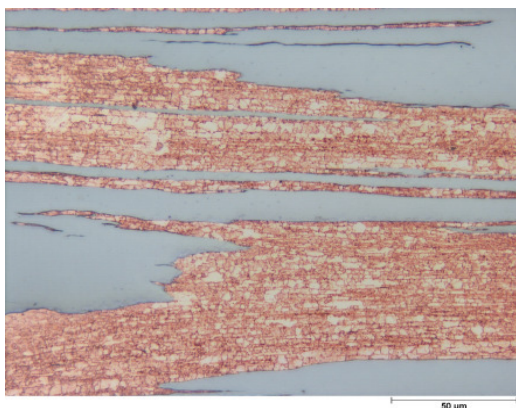


a) Längsschliff

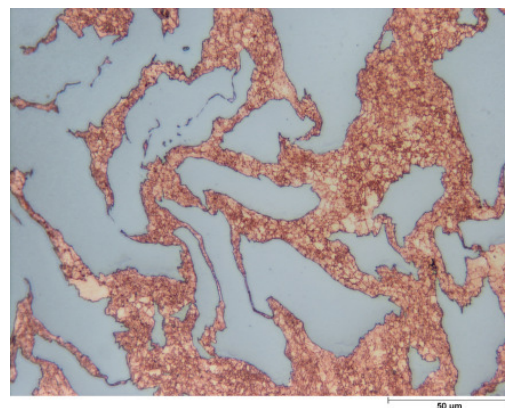


b) Querschliff

Abbildung 3.20. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe ($200^{\circ}\text{C}/2\text{h}$):
Cu-Ätzung, 500:1 500x

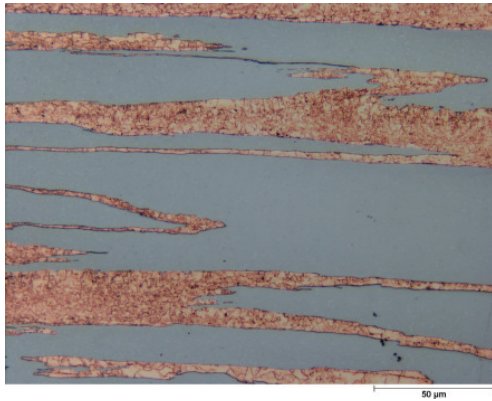


a) Längsschliff

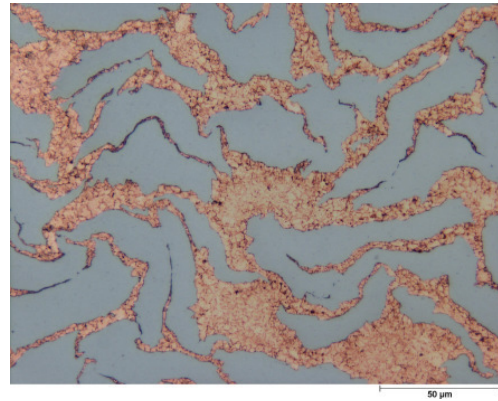


b) Querschliff

Abbildung 3.21. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe ($400^{\circ}\text{C}/2\text{h}$):
Cu-Ätzung, 500:1 500x

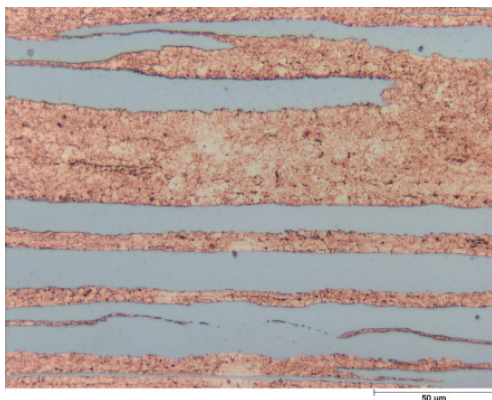


a) Längsschliff

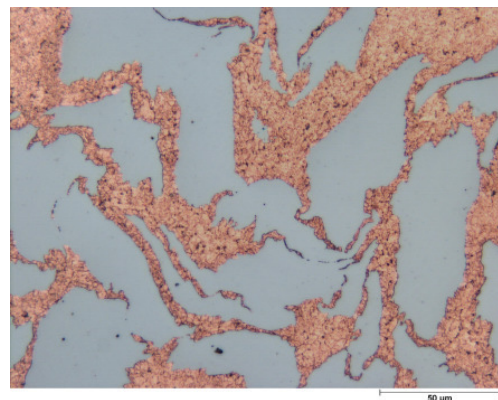


b) Querschliff

Abbildung 3. 22. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (800°C/2h):
Cu-Ätzung, 500:1 500x



a) Längsschliff

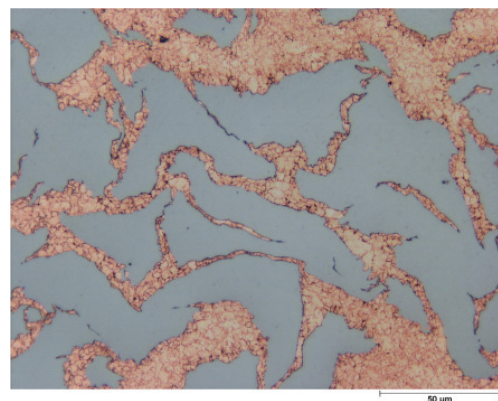


b) Querschliff

Abbildung 3. 23. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (1000°C/2h):
Cu-Ätzung, 500:1 500x

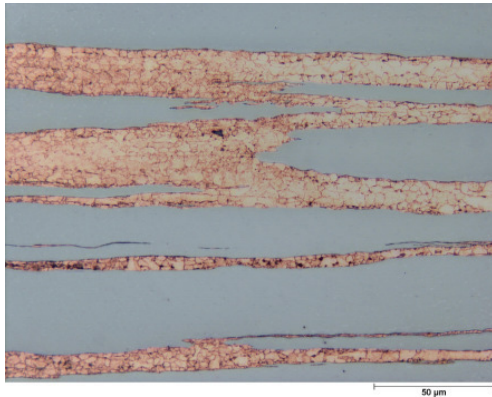


a) Längsschliff

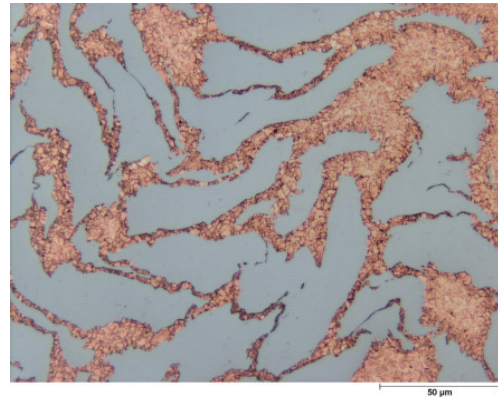


b) Querschliff

Abbildung 3. 24. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (800°C/2h plus -196°C/2h):
Cu-Ätzung, 500:1 500x

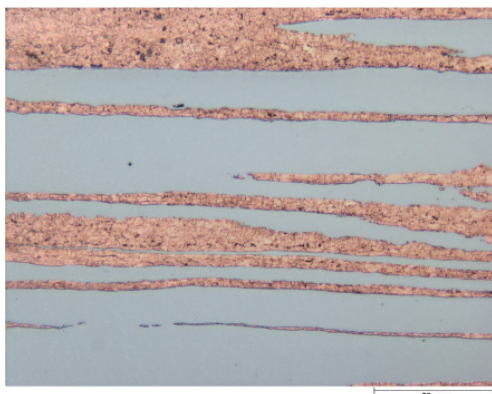


a) Längsschliff

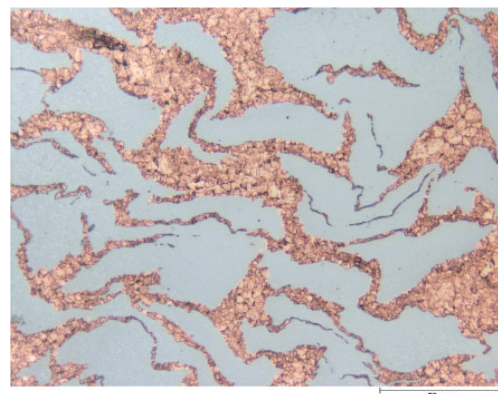


b) Querschliff

Abbildung 3. 25. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (800°C/2h plus -269°C/2h):
Cu-Ätzung, 500:1 500x

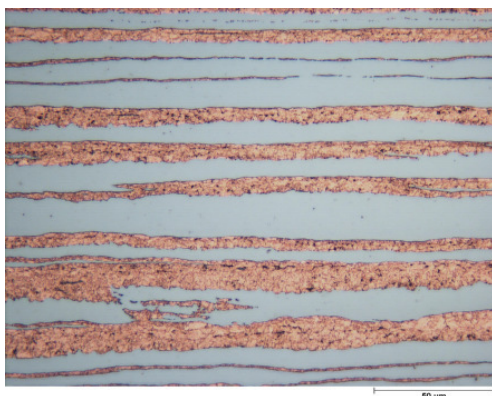


a) Längsschliff

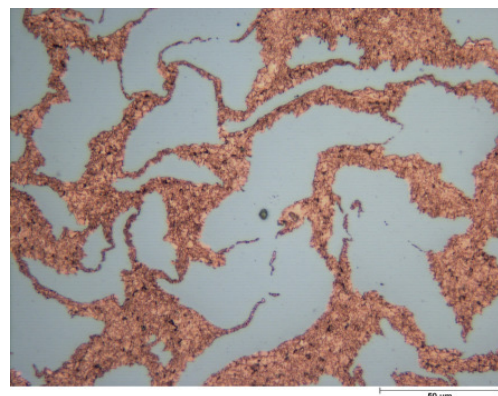


b) Querschliff

Abbildung 3. 26. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (1000°C/2h plus -196°C/2h):
Cu-Ätzung, 500:1 500x



a) Längsschliff



b) Querschliff

Abbildung 3. 27. Mikrostruktur der Hochtemperaturprobe (1000°C/2h plus -269°C/2h):
Cu-Ätzung, 500:1 500x

3.2.4. Verformte Partikelgrenzen nach dem Strangpressen

Für die Materialeigenschaften des Polykristalls spielen im Allgemeinen sowohl die Korngröße der Phasen als auch die Phasengröße und Phasenformen eine wesentliche Rolle. Auf Gefügeaufnahmen erscheinen die Phasengrenzen der Nb- und Cu-Phasen nach den Herausätzungen der Cu-Phasen im Raster-Elektronenmikroskop (REM).

Abbildung 3.28 zeigt die Aufnahmen der Ausgangsprobe (RT) mit der Bandgrößenabhängigkeit der Nb-Partikel (Strangpressenrichtung und Querschnitt). Die Phasengrenzen der Nb-Partikel sind relativ glatt im Vergleich zur Strangpressenrichtung. Auch hier wird für die Nb-Phasen eine durchschnittliche Dicke von ca. 3 - 5 μm angenommen. Die Verhältnisse (η_p) liegen für die Nb-Phasen bei ca. 1000 bis 5000 vor. Das Ergebnis stimmt fast ganz genau mit den vorhergehenden Messungen ohne Ätzung überein (Abbildung 3.4).

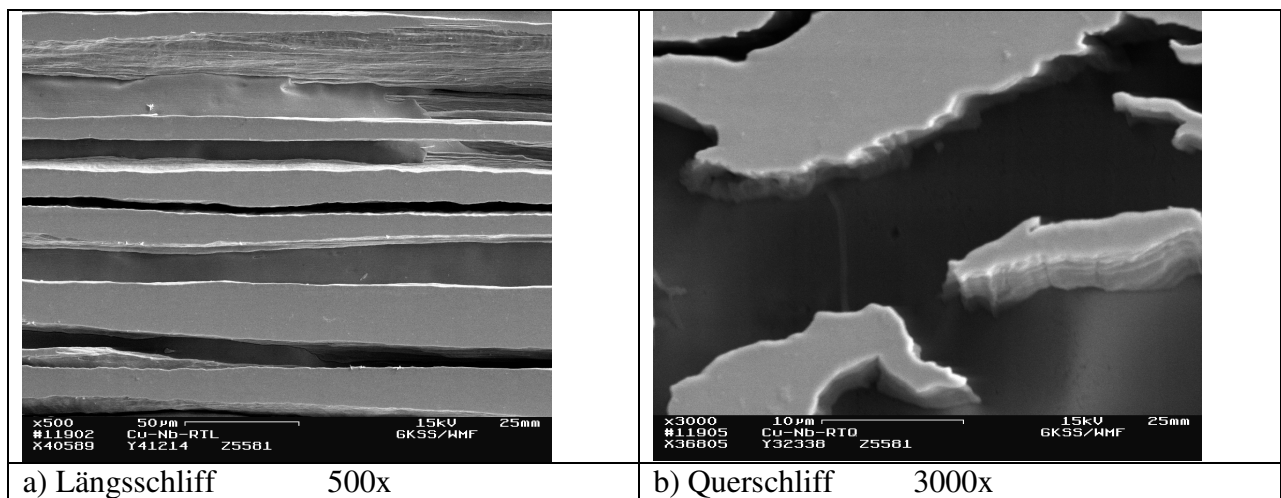


Abbildung 3. 28. REM Aufnahme der Mikrostruktur der Raumtemperaturprobe:
Cu-Herausätzung

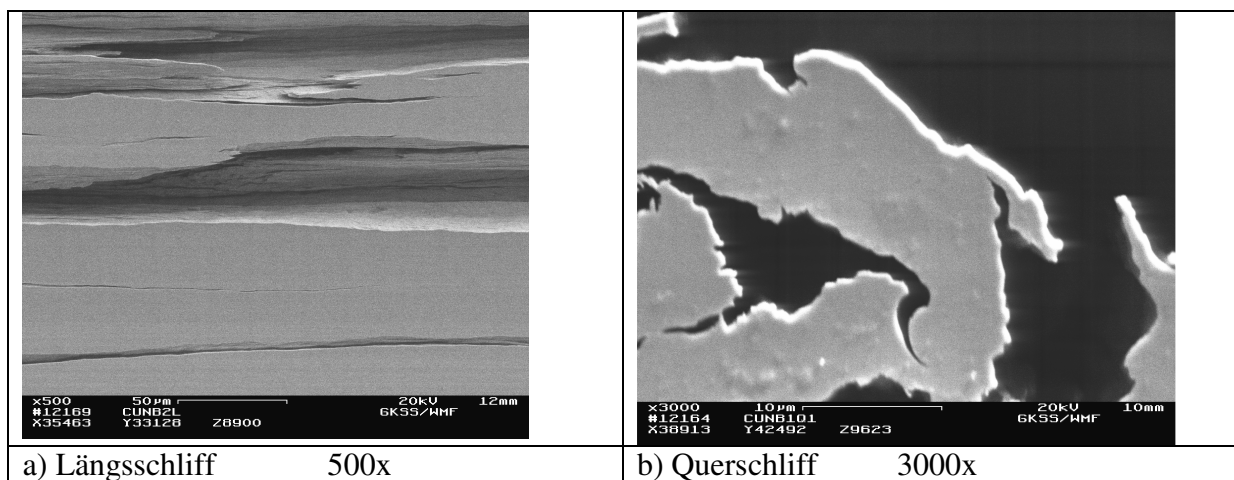


Abbildung 3. 29. REM – Aufnahme der Hochtemperaturprobe (200°C/2h):
Cu-Herausätzung

Die Abbildung 3.29a+b stellen die Aufnahmen der Probe nach der Wärmebehandlung von 200°C/2h dar. Die Phasengrenzen von den Nb-Phasen bleiben auch relativ glatt entlang der Strangpressenrichtung. Im Vergleich mit den Aufnahmen bei Raumtemperatur (Abbildung 3.4 und 3.28) gibt es keine deutliche Änderung der Größe, der Phasengrenzformen und der Verhältnisse (η_p) für die Nb-Phasen.

Abbildung 3.30 zeigt die entsprechenden Aufnahmen nach der Wärmebehandlung bei 400°C für 2h. Gegenüber den Aufnahmen bei Raumtemperatur (Abbildung 3.4 und 3.28) liegen fast keine Änderungen der Größe, der Phasengrenzformen und der Verhältnisse (η_p) für die Nb-Phasen vor.

Die Größe, Phasengrenzform und der Anisotropiefaktor (η_p) der Nb-Phase verändern sich nach Wärmebehandlung von 800°C/2h, im Vergleich zur Raumtemperatur, nur sehr wenig (Abbildung 3.31).

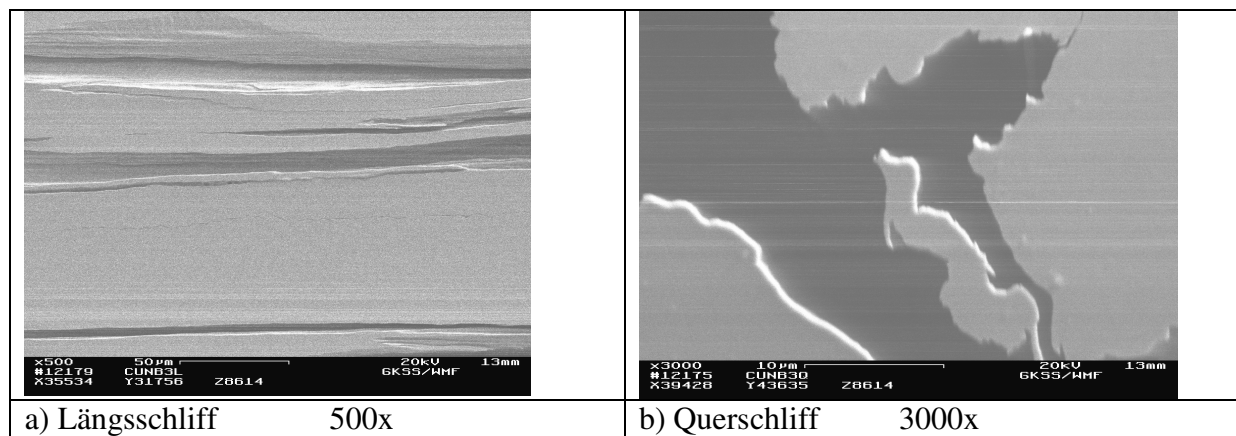


Abbildung 3. 30. REM – Aufnahme der Hochtemperaturprobe (400°C/2h):
Cu-Herausätzung

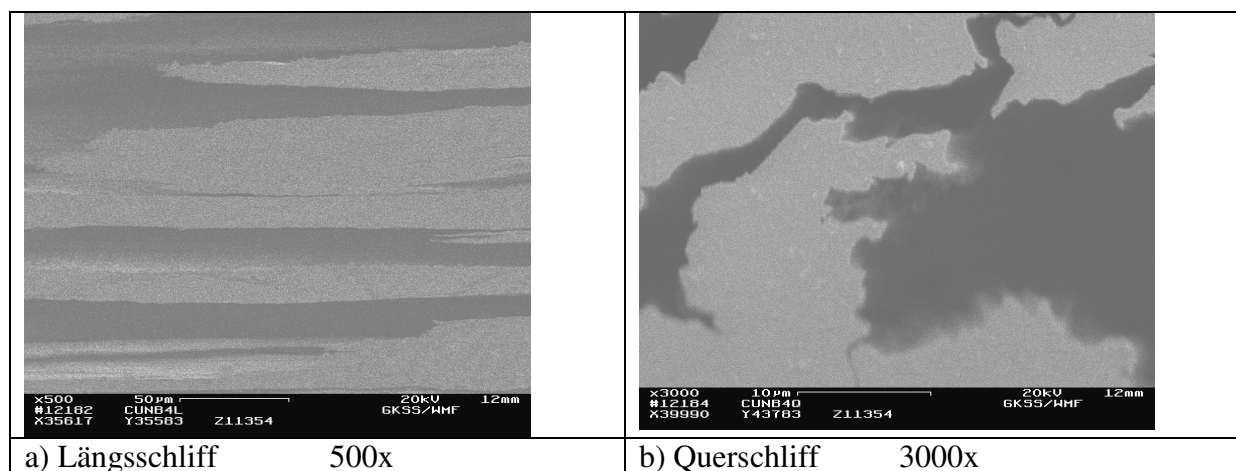


Abbildung 3. 31. REM – Aufnahme der Hochtemperaturprobe 800°C/2h:
Cu-Herausätzung

Die Abbildungen 3.32 und 3.33 stellen die Nb-Phasen nach den Tieftemperaturbehandlungen (-196°C (77K) und -269°C (4K)) dar. Bei der Abbildung 3.33 sind an den Oberflächen und den Phasenübergängen noch Ätzreste zu erkennen. Die Unterschiede bezüglich der Größe der Phasen, Phasengrenzform und des Anisotropiefaktors (η_p) sind im Vergleich zu den Raumtemperaturaufnahmen (Abbildungen 3.4 und 2.28) nur gering.

Die Aufnahmen der wärmebehandelten Proben ($800^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ und $1000^{\circ}\text{C}/2\text{h}$) mit anschließender Tieftemperaturbehandlungen ($-196^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ und $-269^{\circ}\text{C}/2\text{h}$) werden nicht gezeigt. Im Vergleich zu den Raumtemperaturproben besteht eine sehr starke Ähnlichkeit.

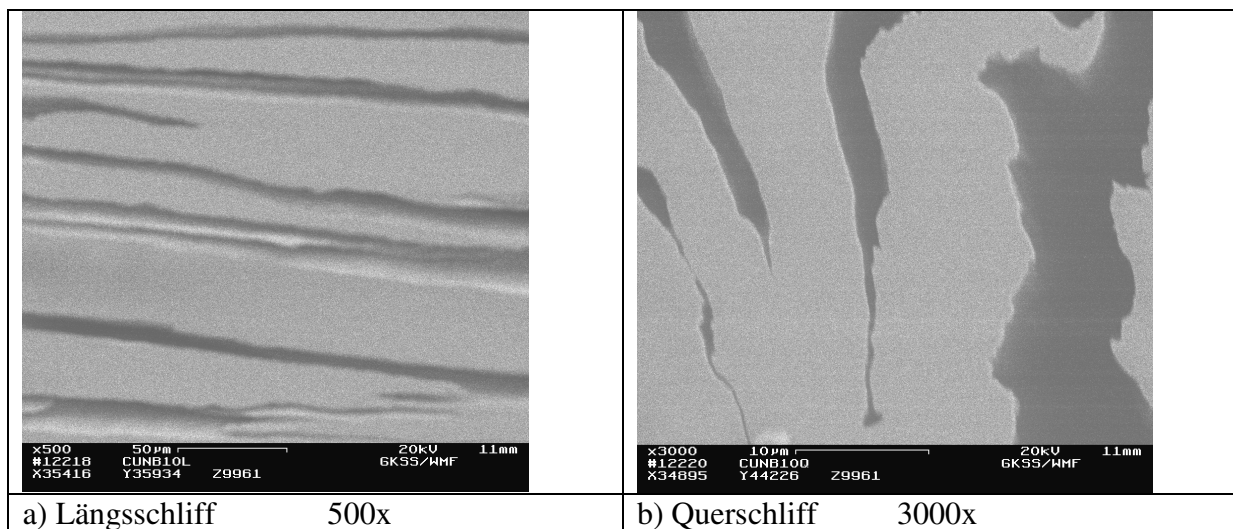


Abbildung 3. 32. REM – Aufnahme der Tieftemperaturprobe ($-196^{\circ}\text{C}/2\text{h}$):
Cu-Herausätzung

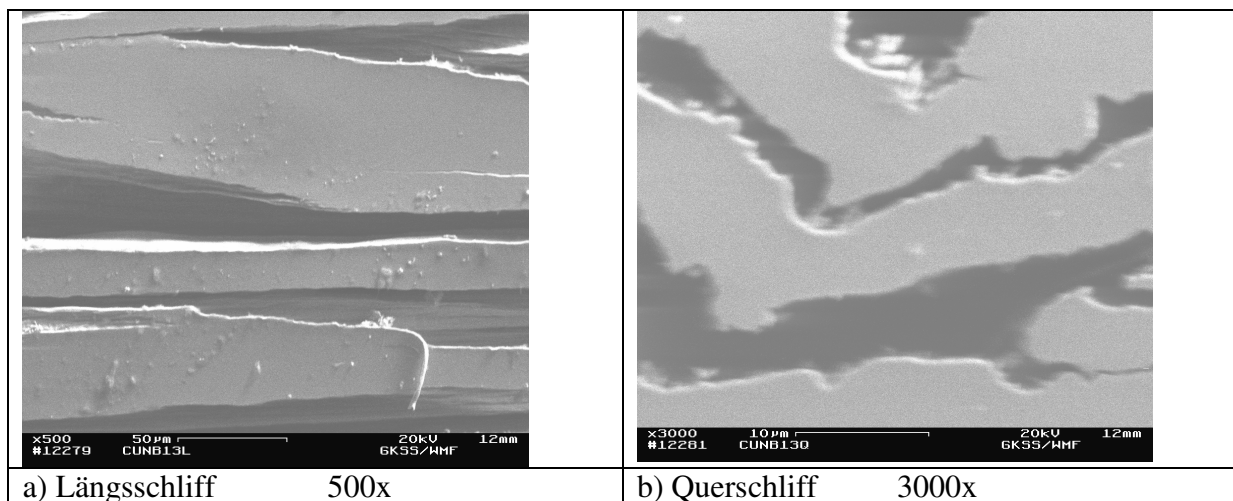


Abbildung 3. 33. REM – Aufnahme der Tieftemperaturprobe ($-269^{\circ}\text{C}/2\text{h}$):
Cu-Herausätzung

4. Texturuntersuchungen

Für die polykristallinen, mehrphasigen Werkstoffe oder Verbundwerkstoffe spielt die Orientierungsverteilung der Einzelkörner in vielen Fällen eine große Rolle, da die Einkristallanisotropie in der Regel über die Richtungsabhängigkeit der Materialeigenschaften in einem Werkstoff bestimmt, wie z.B. physikalische, chemische und mechanische Eigenschaften (Polarisation, Magnetisierung, Piezoelektrizität, Leitfähigkeit, Korrosionsbeständigkeit, Elastizität, Plastizität, Härte, thermischen Ausdehnung und Festigkeit usw.). Wenn alle Kristallite einer polykristallinen, ein- oder mehrphasigen Probe die gleiche Orientierung besitzen, liegt in 1. Näherung (ohne Betrachtung der Korn- oder Phasengrenzen) die maximal mögliche Anisotropie der Eigenschaften des Materials entsprechend der Einkristalleigenschaften vor. Die Gesamtheit der Orientierungen der Kristalle eines vielkristallinen Stückes bezeichnet man als die Textur [4.1]. Nach ihrer Entstehung werden im allgemeinen Guss-, Verformungs-, Rekristallisations- und Phasenumwandlungstexturen unterschieden [4.1, 4.2]. Die Vorzugorientierung (crystallographic preferred orientation, d.h. kristallographische Textur) der Vielkristallite verursacht ein unterschiedliches Materialverhalten der Proben unter verschiedenen Belastungsrichtungen. So hat die Textur als einer der wichtigen Werkstoffparameter eine große Bedeutung. In dieser Arbeit wird die globale Textur von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen mittels Neutronstrahlen am Messplatz TEX – 2 im GKSS-Forschungszentrum untersucht.

4.1. Grundlagen

Für die Texturanalyse kann eine Reihe von Untersuchungsmethoden benutzt werden, z.B. Elektronenbeugungsverfahren; optische, akustische, mechanische und magnetische Verfahren; Röntgenverfahren; Neutronen- und Synchrotronverfahren. Bei allen Methoden, die auf Beugungsverfahren beruhen, steht die quantitative Texturanalyse im Vordergrund.

4.1.1. Orientierung und Textur

Neben der Definition der Textur [4.1], ist die quantitative Beschreibung der Textur mit der genannten Orientierungsverteilungsfunktion $f(g)$ (OVF bzw. als Abkürzung ODF- Orientation Distribution Function) möglich [4.3, 4.4, 4.5]. Diese dreidimensionale ODF eines polykristallinen Materials berücksichtigt den relativen Volumenteil oder die relative Häufigkeit der Kristallite [4.3, 4.5, 4.6]:

$$f^V(g) = \frac{1}{V} \frac{dV(g)}{dg} \quad (\text{Gl.4.1})$$

$$f^N(g) = \frac{1}{N} \frac{dN(g)}{dg} \quad (\text{Gl.4.2})$$

V - Gesamtvolumen, g – Orientierung, N- Gesamtzahl der Kristallite

Die beiden Funktionen $f^V(g)$ und $f^N(g)$ unterscheiden sich in der Orientierungsabhängigkeit nur von der Korngröße des Materials. Im Fall $f^V(g) = 1$ bzw. $f^N(g) = 1$ hat die ODF den Wert für eine regellose Verteilung der Orientierungen. Unter Berücksichtigung kleinräumiger Unterschiede eines vielkristallinen Stückes wird der Begriff der lokalen Textur für

Inhomogenitäten gegenüber homogenen Werkstoffen eingeführt. Die lokale Texturfunktion gibt sich wie folgt:

$$f^V(\vec{r}, g) = \frac{1}{V(\vec{r})} \frac{dV(g)}{dg} \quad (\text{Gl.4.3})$$

\vec{r} - Ort, $V(\vec{r})$ - Teilvolumen.

In homogenen Zustand sind die lokale und die globale Textur gleich.

In der quantitativen Texturanalytik werden die Orientierungen (g_{ij}) der einzelnen Kristalliten im polykristallinen Material durch die Angabe der Transformation beschrieben, bei der die beiden Koordinatensysteme von Probe und Kristall ineinander übergeführt werden. Die Beziehung zwischen diesen beiden Koordinatensystemen in einer gewälzten Platte ist in Abbildung 4.1 dargestellt.

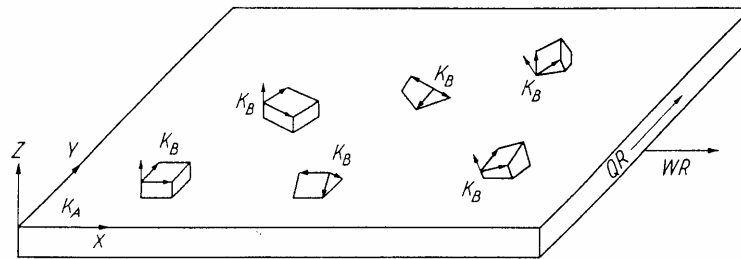


Abbildung 4.1. Darstellung von dem probenfesten rechtwinkligen Koordinatensystem K_A und dem kristallfesten Koordinatensystem K_B [4.3, 4.7].

Die Überführung der beiden Koordinatensysteme durch eine Operation (g) kann wie folgt beschrieben werden:

$$K_B = g K_A \quad (\text{Gl.4.4})$$

Um die Orientierung (g) beschreiben zu können, können zahlreiche äquivalente Möglichkeiten gewählt werden, z.B. die Angabe der Drehachse (n) im Probenkoordinatensystem und des Drehwinkels (ω); Millersche Indizes $\{hkl\}\langle uvw \rangle$; Kristallebene (d_{hkl}) im Probenkoordinatensystem und Drehwinkel (α, β, γ) sowie Eulerwinkel ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) [4.3, 4.6, 4.7]:

$$g = (n, \omega) = \{hkl\}\langle uvw \rangle = (\alpha, \beta, \gamma) = (\varphi_1, \Phi, \varphi_2). \quad (\text{Gl.4.5})$$

Im allgemeine werden am häufigsten die Eulerwinkel ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) für die Darstellung der Orientierung (g) verwandt. Mit der Eulerwinkel ($\varphi_1 \Phi \varphi_2$) wird die Gleichung (Gl.4.1) zu [4.3, 4.6]:

$$f^V(g) = f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \frac{1}{V} \frac{dV(g)}{dg} \quad (\text{Gl.4.6})$$

$$0 \leq \varphi_{1,2} < 2\pi, \quad 0 \leq \Phi < \pi.$$

Bei der Darstellung der Eulerwinkel wird zunächst das Koordinatensystem um die Z-Achse um den Winkel φ_1 gedreht, dann mit dem Winkel Φ um die neu entstanden x' - Achse und schließlich mit dem Winkel φ_2 um die Z' - Achse [4.3, 4.6, 4.7, 4.8]. Abbildung 4.2. zeigt diese Definition.

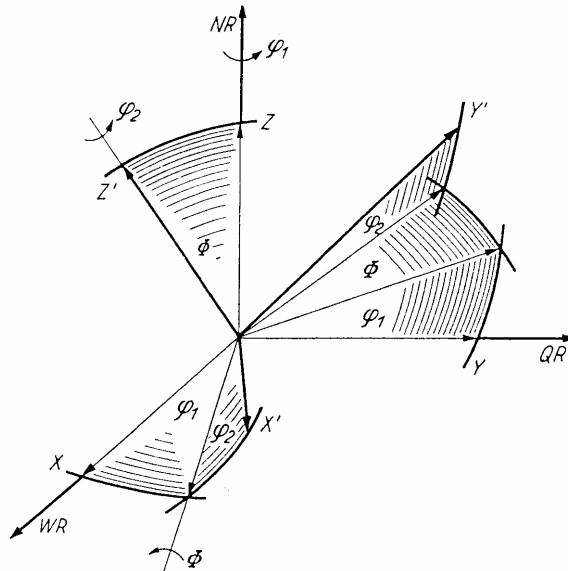


Abbildung 4.2 Definition der Eulerwinkel ($\varphi_1 \Phi \varphi_2$) [4.3].

4.1.2. Herstellung der Polfiguren

Für eine Texturbestimmung ist zunächst die diffraktometrische Polfigurmessung im Beugungsexperiment durchzuführen. Die Poldichteverteilungen $P_{hkl}(\alpha \beta)$ (Polfiguren) verschiedener Netzebenescharen (hkl) können durch die zweidimensionale Projektion der ODF dargestellt werden [4.6, 4.9]:

$$P_{hkl}(\alpha, \beta) = \frac{1}{2\pi} \int_{\vec{h}1\vec{y}} f(\alpha, \beta, \gamma) d\gamma \quad , \quad 0 \leq \gamma < 2\pi \quad (\text{Gl.4.7})$$

\vec{h} - Netzebenenrichtung, \vec{y} - Probenrichtung.

Die Orientierungsverteilungsfunktion $f(g)$, die von der Orientierung g abhängig ist, wird in einer Reihe nach verallgemeinerten Kugelfunktionen T_l^{mn} hergeleitet [4.3, 4.9]:

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_l^{mn} T_l^{mn}(g) \quad . \quad (\text{Gl.4.8})$$

Wobei C_l^{mn} die Koeffizienten sind. Im Eulerraum erhält man:

$$f(g) = f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_l^{mn} e^{im\varphi_2} P_l^{mn}(\Phi) e^{in\varphi_1} \quad (\text{Gl.4.9})$$

$P_l^{mn}(\Phi)$ – Verallgemeinerungen der zugeordneten Legendere – Funktionen.

Es ist ersichtlich, dass die Orientierungsverteilungsfunktion $f(g)$ Symmetrieeigenschaften besitzen kann. Da $f(g)$ eine Dichteverteilung ist, muss die ODF folgende Voraussetzung erfüllen:

$$f(g) \geq 0 \quad . \quad (\text{Gl.4.10})$$

D.h., $f(g)$ ist immer eine reelle positive Funktion.

Die Entstehung der Polfiguren wird in Abbildung 4.3. gezeigt [4.7, 4.10, 4.11]. Ein einzelner Kristallit befindet sich im Zentrum der Polkugel. In stereographischer oder flächentreuer Projektion wird die Richtungsverteilung der bestimmten Netzebenenormalen ($\{100\}$) der Proben auf die Projektionsebene abgebildet. Polfiguren sind mit der Beugungsmethode direkt messbar. Das ist auch der wesentliche Vorzug von Polfiguren.

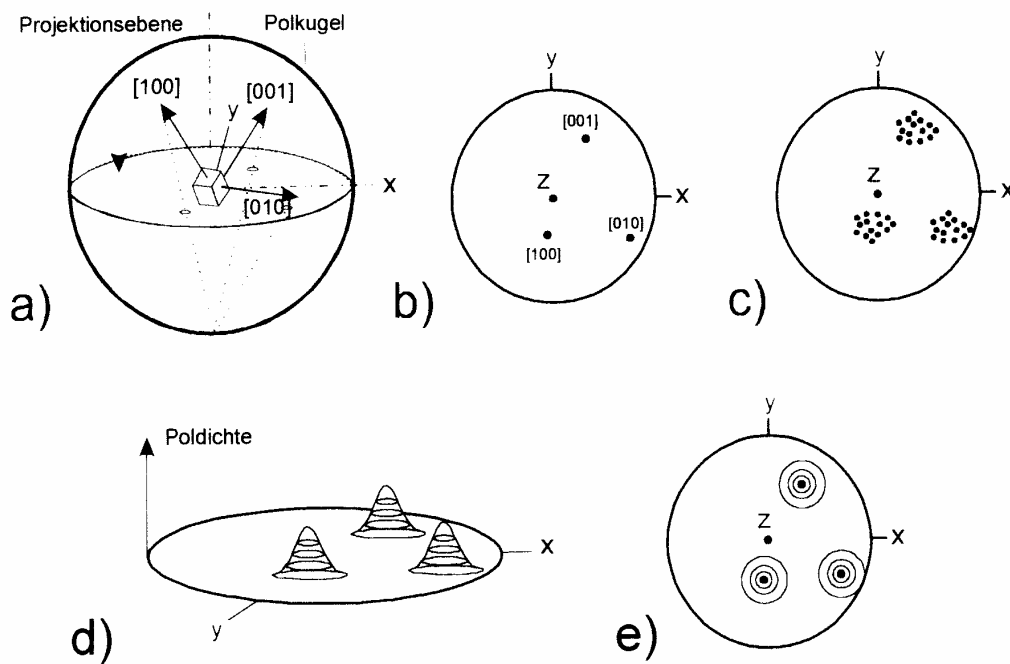


Abbildung 4.3. Schematische Darstellung der Entstehung einer Polfigur [4.11]:

- a) Durchstoßpunkt der $\{100\}$ -Pole eines Kristalliten durch die Polkugel,
- b) Stereographische Projektion dieser Flächenpole,
- c) Stereographische Projektion von Flächenpolen bei vielen Kristalliten,
- d) 3 – dimensionale Darstellung der Poldichteverteilung,
- e) Poldichteverteilung mit Höhenliniendarstellung.

4.1.3. Entstehung der inversen Polfiguren ($R_y(h)$)

Unter einer inversen Polfigur versteht man eine Standardprojektion, in der die Orientierungsverteilung einer äußeren Bezugsrichtung des Werkstückes, also der Drahtachse bei Drähten und der Blechnormalen, der Walz- oder Querrichtung bei Bleichen, bezüglich des Kristallgitters dargestellt ist [4.1]. Mit der Probenrichtung \vec{y} wird die inverse oder auch reziproke Polfigur der Netzebenenrichtung \vec{h} durch die verwendete Reihendarstellung über die Berechnung der Koeffizienten $C_l^{\mu\nu}$ beschrieben [4.3]:

$$R_{yi}(\vec{h}) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} K_l^{\nu}(\vec{y}) K_l^{\mu}(\vec{h}) \quad (\text{Gl.4.11})$$

Für die regellose Verteilung ist $R_{yi}(\vec{h})$ normiert:

$$R_{yi}(\vec{h}) = 1. \quad (\text{Gl.4.12})$$

Inverse Polfiguren $R_y(h)$ sind eine Verteilungsfunktion, bei der die Häufigkeit der verschiedenen Netzebenenrichtungen in Bezug auf eine bestimmte Probenrichtung dargestellt ist. Deshalb hat eine inverse Polfigur bei der Berechnung oder Abschätzung der Eigenschaften von vielkristallinen Materialien eine wichtige Bedeutung.

4.1.4. Dreidimensionale ODF

Polfiguren und inverse Polfiguren gehören zu zweidimensionalen „Projektionen“ der dreidimensionalen Orientierungsverteilungsfunktion. Die Textur wird mit Polfiguren oder inversen Polfiguren, die durch zweidimensionale Funktionen beschrieben werden, dargestellt. Aus dieser Darstellung kann die Orientierung einer bestimmten kristallographischen Fläche nicht direkt abgelesen werden. Dazu wird die dreidimensionale Darstellung der Textur benötigt.

Zu einem dreidimensionalen Modell der ODF (Gl.4.8) werden die Würfellagen im Eulerraum mit einem Reihenentwicklungsgrad normalerweise von $L = 10$ bis 34 mit den Koeffizienten $C_l^{\mu\nu}$ berechnet und in Schritten von 5° dargestellt [4.3]. Mit einer gaußförmigen isotropen Streuung ω_0 und verallgemeinerten Kugelfunktionen T_l^{mn} wird der Koeffizient $C_l^{\mu\nu}$ definiert [4.9]:

$$C_l^{\mu\nu} = \frac{\exp(-\frac{1}{4l^2\omega_0^2}) - \exp(-\frac{1}{4(1+l)^2\omega_0^2})}{1 - \exp(-\frac{1}{4l^2\omega_0^2})} T_l^{mn}(g) \quad (\text{Gl.4.13})$$

Abbildung 4.4. zeigt beispielsweise die ϕ_1 - und ϕ_2 – Schnitte für ein kubisches System, bei denen die typischen Komponenten und Fasen der Orientierungsverteilung dargestellt werden

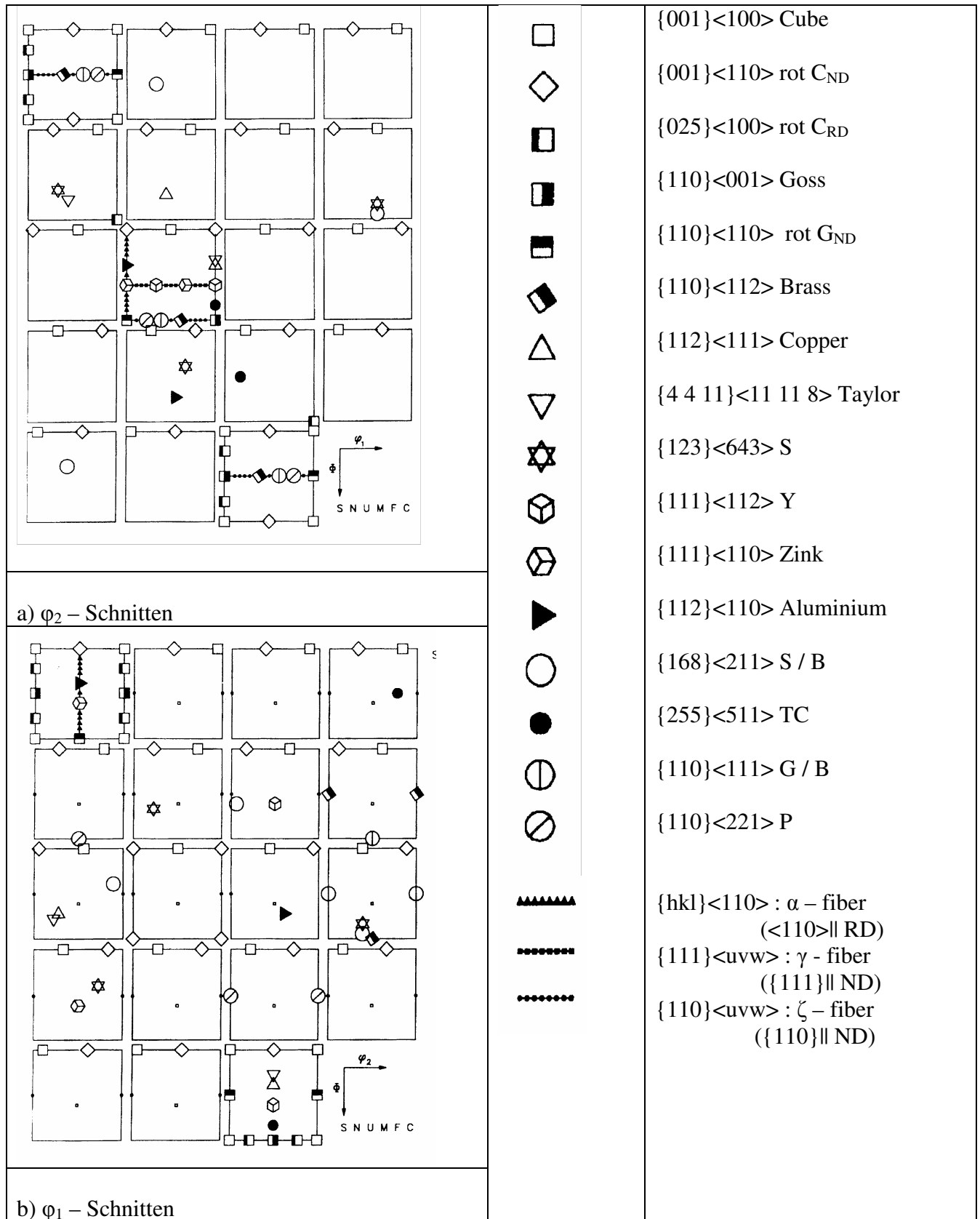


Abbildung 4.4. Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) mit idealen Lagen und Fasern [4.2, 4.3, 4.9, 4.10]:

- a) ϕ_2 – Schnitten,
b) ϕ_1 – Schnitten.

[4.2, 4.3, 4.9, 4.12, 4.13]. Auf diese Weise stehen die Werte der hohen Orientierungsdichte innerhalb eines bestimmten Gebildes im Orientierungsraum. Die dreidimensionale Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) bietet nicht nur eine vollständige, sondern auch eine direkte Beschreibung einer Textur.

Neben der von Bunge eingeführten Definition der Eulerwinkel $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ ist eine zweite Definition von Kocks (Ψ, θ, Φ) sehr gebräuchlich. Für die gleiche Texturkomponente z.B. der Kupfer-Lage gibt es deshalb zwei mögliche Angaben, die ineinander übergeführt werden können. Tabelle 4.1. zeigt die Variation einiger typischer Texturkomponenten der so genannten „Rolling Texture“ nach Definition von Bunge und Kocks [4.2, 4.5].

Tabelle 4.1. Typische ideale Komponenten von „Rolling Textur“ [4.2]

Name der Komponenten	Millersche Indizes $\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Bunge $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$	Kocks (Ψ, θ, Φ)
Kupfer-Lage	$\{112\}\langle 111 \rangle$	90, 35, 45	0, 35, 45
S-Lage	$\{123\}\langle 643 \rangle$	59, 37, 63	149, 37, 27
Messing-Lage	$\{110\}\langle 112 \rangle$	35, 45, 0	55, 45, 0
Taylor-Lage	$\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$	90, 27, 45	0, 27, 45
Goss-Lage	$\{110\}\langle 001 \rangle$	0, 45, 0	90, 45, 0

4.1.5. Texturmessungen

Für die quantitative Texturanalyse werden heute in der Regel die Beugungsverfahren, denen die Braggsche Gleichung zugrunde liegt, angewendet. Bei den experimentellen Methoden werden die beiden wesentlichen Arten der Einzelorientierungsmessungen und Polfigurmessungen unterschieden. Die Einzelorientierungsmessungen gelten für Elektronenbeugung an einzelnen Kristalliten, z.B. EBSD – Methode (Electron Back Scattering Diffraction), wobei die konventionellen Verfahren wie Röntgen-, Synchrotron- oder Neutronbeugung nicht nutzbar sind. Bei der Polfigurmessung ist normalerweise eine große Zahl von Kristalliten in dem Messvolumen enthalten. In dieser Arbeit sind nur Polfigurmessungen dargestellt.

Die Polfigur der Netzebenenschar $\{hkl\}$ ist die Häufigkeitsverteilung dieser Normalenrichtung im Probenkoordinatensystem. Für Polfigurmessungen können Röntgen-, Elektronen-, Synchrotron- oder Neutronenstrahlen eingesetzt werden. Diese Strahlungsarten unterscheiden sich unter anderem in ihrer Eindringtiefe. In Tabelle 4.2 werden die Eindringtiefen der verschiedenen Strahlungsarten für einige Werkstoffe dargestellt. Als Maß für die Eindringtiefe wird die Halbwertsdicke eingeführt. Als Halbwertsdicke wird die Dicke einer ebenen

Materialplatte bezeichnet, bei der die Intensität des senkrecht einfallenden Strahles um 50% geschwächt wird [4.15, 4.18].

Tabelle 4.2. Eindringtiefe im Material [4.18, 4.19]

	Röntgenstrahl	Neutronenstrahl	Synchrotron	Synchrotron
Wellenlänge(λ)	(1,54 Å) (Cu-K α , 8 KeV)	(1,00 Å)	(1,24Å) (100 keV)	(0,6 Å) (200 keV)
Material	Halbwertsdicke (Half-value thickness)			
Aluminium (Al)	52,8 μm	76,76 mm	2,4 cm	3,3 cm
Kupfer (Cu)	14,6 μm	8,545 mm	0,2 cm	0,5 cm
Titanium (Ti)	10,7 μm	16,11 mm	0,6 cm	1,2 cm
Blei (Pb)	2,6 μm	21,00 mm	0,03 cm	0,1 cm
Eisen (Fe)	2,9 μm	7,841 mm	0,2 cm	0,6 cm

In der Anfangszeit der Texturanalyse wurden Polfigurmessungen nach dem Debye – Scherrer - Verfahren durchgeführt, bei dem die Filmtechnik (Bild- Methode) eingesetzt wurde [4.1, 4.14, 4.15, 4.16, 4.17]. Inzwischen werden die diffraktometrischen Methoden mit der Vierkreis- Vielkristalldiffraktometrie für Polfigurmessungen verwendet. Dabei können die Polfigurmessungen softwaregesteuert durchgeführt werden.

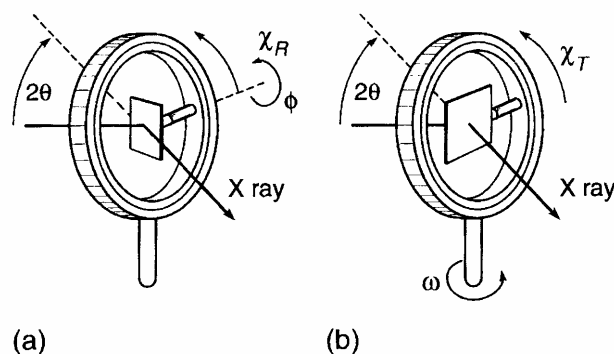


Abbildung 4.5. Polfigurmessungen bei Vierkreis- Vielkristalldiffraktometrie [4.2]:

- a) Reflexionsstellung der Probe,
- b) Transmissionsstellung der Probe

In Abbildung 4.5 werden die beiden typischen Vierkreis- Vielkristalldiffraktometrie - Methoden dargestellt. Die Reflexionsmethode wird praktisch nur für die Polfigurmessungen

mit Röntgenstrahlung eingesetzt. Mit den Polfigurwinkeln (α , β) (α - Kippwinkel, β - Drehwinkel) werden unvollständigen Polfiguren mit dem 'Equal-Angular-, oder 'Equal-Area' – Rastern mit einer Eulerwiege gemessen. Während der Messung sind die Winkel (ω , χ , Φ) der Eulerwiege identisch mit denen (θ , α , β) der Polfigur. Einige typischen Messraster, die in der Röntgenbeugung Anwendung finden und sich durch die Schrittweiten unterscheiden, werden für die Reflexionmethode in Abbildung 4.6 gezeigt.

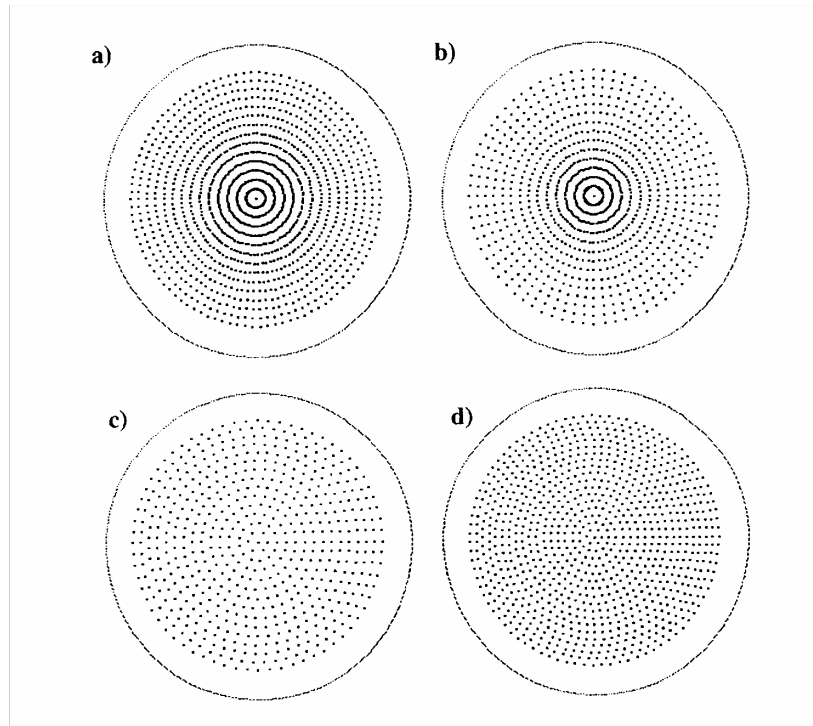


Abbildung 4.6. Schematische Darstellung einiger Messraster von Polfigurmessungen bei der Reflexionsstellung [4.6]:

Equal-Angular: a) $0 \leq \alpha \leq 70^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$, $\Delta\alpha = 5^\circ$, $\Delta\beta = 3,6^\circ$, 1500 Meßpunkte;
 b) $0 \leq \alpha \leq 70^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$, $\Delta\alpha = 5^\circ$, $\Delta\beta = 5^\circ$, 1080 Meßpunkte;

Equal-Area: c) $0 \leq \alpha \leq 70^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$, $\Delta\alpha = 5^\circ$, 583 Meßpunkte;
 d) $0 \leq \alpha \leq 72^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$, $\Delta\alpha = 4^\circ$, 939 Meßpunkte.

Bei der Transmissionstechnik, bei der nur eine dünne Probe für die Polfigurmessungen mit Röntgenstrahlung benutzt werden kann, werden aufgrund der Probenabsorption unvollständige Polfiguren erhalten. Die beiden unvollständigen Polfiguren der Transmissionstechnik und der Reflexionstechnik können durch geeignete Normierung in eine vollständige Polfigur übergeführt werden [4.3, 4.6, 4.7, 4.9]. Die Definition über die Eulerwiegenwinkel wird dabei in Abbildung 4.7 dargestellt. Als Messraster werden häufig das 5×5 Raster mit 1368 Punkten ($\Delta\alpha = 5^\circ$, $\Delta\beta = 5^\circ$) und das $3,6 \times 5$ Raster mit 1900 Punkten ($\Delta\alpha = 5^\circ$, $\Delta\beta = 3,6^\circ$) für eine vollständige Polfigur mit der Equal-Angular- Methode eingesetzt. Effektiver sind equal angular Messraster, bei denen ein Raster mit annähernd gleichen Flächen erfasst wird. Dadurch reduziert sich die Messpunktzahl auf 679 Messpunkte im Vergleich zu einem winkelgetreuen 5×5 Messraster. Dieses Messraster wird am

Neutronendiffraktometer TEX-2 am Forschungsreaktor FRG-1 (GKSS-Forschungszentrum) eingesetzt, siehe Abbildung 4.8.

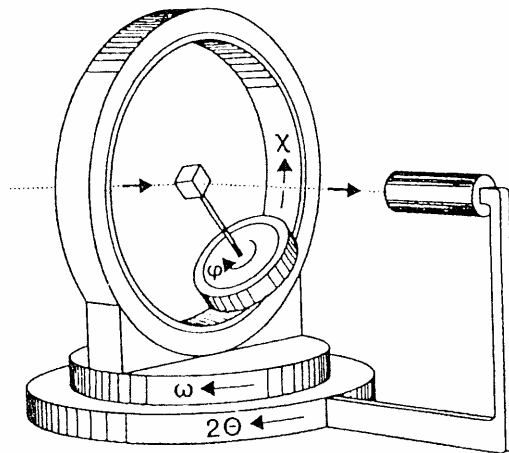


Abbildung 4.7. Definition der Winkel an einer Eulerwiege der Vierkreisdiffraktometer [4.7]

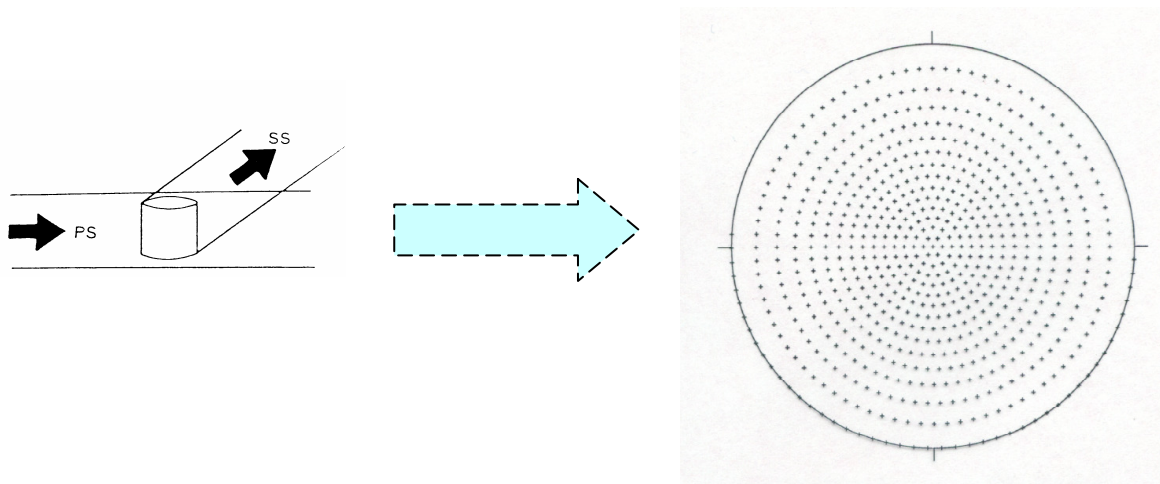


Abbildung 4.8. Equal area Messrastrer zur neutronographischen Polfigurmessungen mittels Transmissionstechnik am TEX-2 Diffraktometer (PS-Primärstrahlung, SS-Streustrahlung) [4.18].

Zur quantitativen Bestimmung der Textur eines Materials, d.h. zur Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion, werden in der Regel 3 kubische, 6 hexagonale oder 6 tetragonale Polfiguren benötigt, um bei einer geringen bis mittleren Texturschärfe mit einem Reihentwicklungsgrad $L = 22$ rechnen zu können.

4.2. Messverfahren und Datenverarbeitung

In dieser Arbeit wird die Texturmessung mittels Neutronenstrahlung an TEX 2 vorgestellt. Dieses Messverfahren entspricht der Transmissionstechnik. Aufgrund der hohen Transmission der Neutronenstrahlung (siehe Tabelle 4.2) lässt sich die Volumenmethode zur Bestimmung der Textur einsetzen [4.18, 4.20]. Hierbei werden vollständige Polfiguren gemessen.

4.2.1 Messverfahren

4.2.1.1. Aufbau von TEX-2

Tabelle 4.3. Charakteristische Daten am TEX -2 [4.18, 4.21]

Leistung vom FRG -1	5 MW
Neutronenfluss	$5,8 \times 10^4$ bis $2,4 \times 10^5 \text{ ncm}^{-2} \text{ s}^{-1}$
Position am FRG – 1	Strahlrohr 5, thermale Neutronen
Primärkollimator	Mit 30° , 42° , 51° Horizontaldivergenz
Monochromatoren	Cu(111), Cu(200), Graphit(002), Ge(311)
Take-off Winkel	$17,2^\circ$, $27,2^\circ$, $37,2^\circ$, $47,2^\circ$, $57,2^\circ$
Neutronenfluss am Probenort(Φ)	$0,3 - 2 \times 10^6 \text{ ncm}^{-2} \text{ s}^{-1}$
Benutzbare Winkelbereiche	2θ : $-75^\circ - +123^\circ$ ω : $-46^\circ - +46^\circ$ χ : $0^\circ - 360^\circ$ φ : $0^\circ - 360^\circ$
Abstand von : Probe- Detektor Probe- JULIOS	40 – 200 cm 70 – 100 cm
Geometrie der Probe:	Kugel: Durchmesser 15 – 20 mm Zylinder: Höhe 10 – 15mm Durchmesser 10 – 15 mm Würfel: Kantenlänge 10 mm
Detektor	^3He - Einzelzähler

Der Texturmessplatz TEX-2 am FRG -1 (Forschungsreaktor Geesthacht) am GKSS-Forschungszentrum Geesthacht wird in Abbildung 4.9 dargestellt. Mit dem Vierkreis-Diffraktometer und der Eulerwiege des Typs Huber 512 werden die vollständigen Polfiguren gemessen. In Abbildung 4.9 wird der prinzipielle Aufbau und der Strahlengang von der Strahlquelle (FRG – 1) bis zum Detektor gezeigt [4.18]:

- (1). Wassermoderierter Reaktor (FRG – 1) als Strahlenquelle,
- (2). Strahlrohr 5 als Neutronenkanal durch die biologische Abschirmung des Reaktors,
- (3). Inpilebauteile im Neutronenkanal (Filter, Kollimator),
- (4). Bleitor als Abschluss der biologischen Abschirmung des Reaktors,
- (5). Primärkollimator (Trommelkollimator) als Zusatzbauteil vor dem Monochromator,
- (6). Monochromator,
- (7). Strahlführung zwischen Monochromator und Probe (hierbei, Sekundärkollimator),
- (8). Vierkreis-Diffraktometer mit Probenposition,
- (9). Neutronendetektor und Strahlfänger

Die wichtigen charakteristischen Daten zeigt Tabelle 4.3.

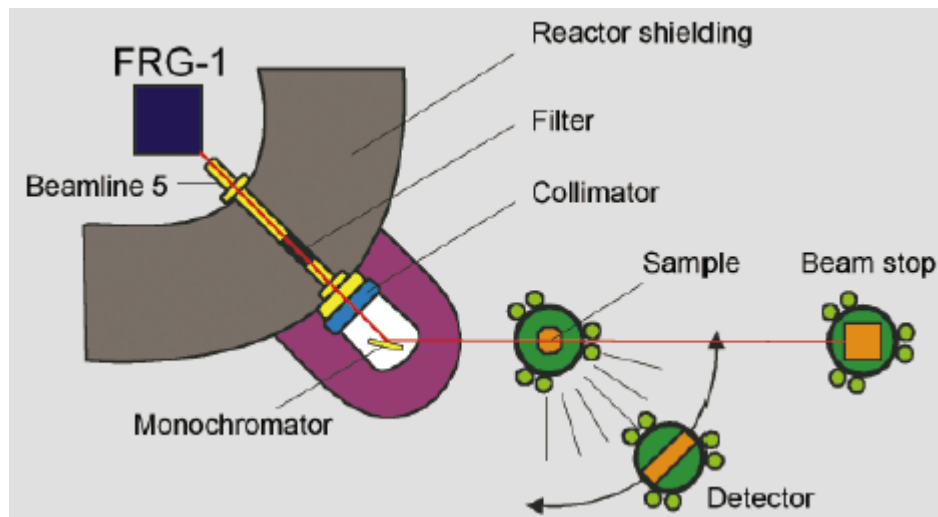


Abb.4.9a. Neutronentexturdiffraktometer TEX- 2

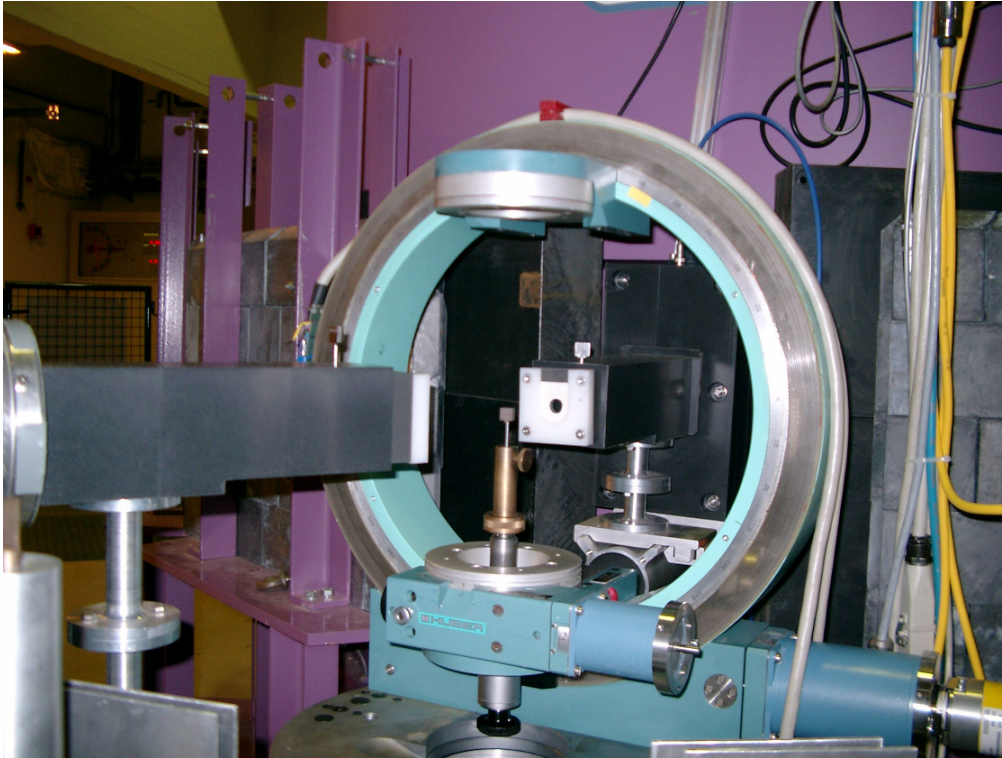


Abb.4.9b. Eulerwiege mit der montierten würfelförmigen Probe aus Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoff

Abbildung 4.9. Messplatz TEX – 2 im GKSS-Forschungszentrum Geesthacht

4.2.1.2. Globale Texturmessungen am TEX – 2

Wegen der hohen Eindringtiefe der Neutronen werden die Messungen der globalen Textur an TEX-2 durchgeführt. Die rechteckige Platte mit den Maßen (10*20 mm²) wurde durch Strangpressen hergestellt. Aus der Mitte des Rechtecks wurden 13 identische Proben entnommen (siehe Kapitel 3). Die würfelförmigen Proben mit den Maßen ca.10*10*10 mm³ des Cu- 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffs werden entsprechend des Koordinatensystems RD-, ND- und TD- Richtung markiert. Dabei bedeutet RD = Strangpressrichtung, TD = Querrichtung, ND = Normalrichtung. Für die Polfigurmessungen an TEX – 2 wird ein Messprogramm ausgewählt, bei dem die Messpunkte durch das Abtasten der Polfigur erstellt werden. Entsprechend der Reflektivität der einzelnen Beugungsreflexe wird die Messzeit angepasst. Mit dem Programmpaket EIN (Ein-Eingabe) des GKSS -Forschungszentrum werden Messprogramme nach Tabelle 4.4 und 4.5 erstellt oder modifiziert. Durch das Programmpaket TEX (TEX - Texturmessung) wird ein Messprogramm abgearbeitet.

In dieser Arbeit werden 679 Messpunkte pro Polfigur und 16 Messpunkte für einen Untergrund je Kippwinkel angefahren. Jeder Messpunkt mit ausgewählten Parametern wird abgearbeitet und abgespeichert. Die gemessenen Daten werden mittels Interpolation auf ein 5°×5° - Raster gebracht und in einer stereographischen Projektion als Polfigur dargestellt. In dieser Arbeit werden 6 Polfiguren (Cu111, Cu200, Cu220 und Nb110, Nb200, Nb211) für jede Probe gemessen. Die Parameter der Polfigurmessung an TEX – 2 sind in Tabelle 4.5 aufgelistet.

Tabelle 4.4. Polfigurmessroutinen am TEX -2 [4.18]

	Messroutine	Messpunkte	Winkel	Ergebnis
1	Equal Area	679	$\Delta \varphi = \text{variabel}$ $\Delta \chi = \text{variabel}$	Vollständige Polfigur (PDF)
2	Equal angular	1368	$\Delta \varphi = 5^\circ$ $\Delta \chi = 5^\circ$	Vollständige Polfigur (PDF)
3	Equal angular	1900	$\Delta \varphi = 3,6^\circ$ $\Delta \chi = 5^\circ$	Vollständige Polfigur (PDF)
4	Equal angular	19	$\Delta \varphi = \text{beliebig}$ $\Delta \chi = 5^\circ$	Chi-scan
5	Equal angular	342	$\Delta \varphi = 5^\circ$ $\Delta \chi = 5^\circ$	¼ Polfigur (PDF)

Tabelle 4.5. Parameter der Polfigurmessung am TEX – 2

Abstand Probe – Detektor (PD)	160 cm
Cd - Primäre Blende (PB)	18 cm
Cd -Detektor Blende 1 (PB1)	18 cm
Detektor Blende 2 (PB2)	20×40 mm
Primär Kollimator	6×6 mm
Vakuumrohr	Ja
Messzeit: Nb110, Cu111, Cu200, Nb200, Nb211, Cu220.	40 000 Monitor Counts, 40 000 Monitor Counts, 80 000 Monitor Counts, 110 000 Monitor Counts, 110 000 Monitor Counts, 80 000 Monitor Counts.
Monochromator	Cu (111)
Wellenlänge	1,35 Å

4.2.2. Datenverarbeitung

Mit dem Programm PLP (Plot Points) werden die gemessenen Daten als Lineardiagramm dargestellt, aus dem die Intensität jedes Messpunkts in der Messzeit abgelesen werden kann. Darin sind die Intensitäten (Maximal und Minimal) der Reflexe und des Untergrundes enthalten. Mit den Ergebnissen der Reflexintensität und Untergrundintensität wird das Messprogramm für die Polfigurmessung optimiert. Die gemessene Polfigur kann damit direkt durch das Programm PLOT dargestellt werden.

4.3. Darstellung der Ergebnisse

An TEX-2 können die gemessenen Daten mit verschiedenen Software-Paketen bis zur quantitativen Texturanalyse ausgewertet werden. ISEM (iterative series expansion method) liefert die Orientierungsverteilungsfunktion ODF für jede Phase getrennt [4.3, 4.9, 4.22, 4.23, 4.24].

4.3.1. Polfiguren von Cu-50Vol. %Nb Verbundwerkstoffen

In Abbildung 4.10 wird die Übersicht der Polfiguren von Cu und Nb der Tieftemperatur- mit und der Hochtemperaturbehandlungen dargestellt. Die Ausgangspolfiguren der Cu-Phase (Raumtemperatur) zeigen die typischen Verformungstexturen von kfz (kubisch-flächen-zentriert) Metallen. Bei der Tieftemperaturbehandlung nehmen nur die Intensitäten der Cu (111) Polfiguren geringfügig gegenüber der Ausgangstextur zu. Mit Steigerung der Glüh-temperatur von 200°C bis 1000°C werden die Intensitäten von Cu (111) Polfiguren geringer während sich Cu (200) von 5,2 m.r.d. (multiple random distribution) auf 9,8 m.r.d. verstärkt. Diese Veränderungen zeigen eine deutliche Entwicklung der Rekristallisationstexturen der Cu – Phase.

Für die Nb-Phase der Ausgangstextur tritt die Verformungstextur (110-Typ) der krz (kubische raumzentriert) Metalle auf. Bei tiefen Temperaturen von -269° bis -196°C entsprechen die Intensitäten von Nb (110) denen der Ausgangstextur. Nb (200), Nb (211) bleiben fast unverändert. Mit Erhöhung der Glüh-temperatur von 200°C bis 1000° nehmen die Orientierungsdichten $P_{hkl}(\alpha, \beta)$ von Nb (110) von 7,4 m.r.d auf 6,7 m.r.d ab. Bei 800°C Temperatur gibt es einen anomalen Aspekt, bei dem sich die Intensitäten der Textur (8,1 m.r.d Nb110) wieder verstärken. Die Veränderungen der Intensitäten der Nb-Phase sind relativ klein. Diese Beobachtung zeigt eine Texturentwicklung aus Erholung und Polygonisation. Bei 800°C führen die neuen Keime des Rekristallisationsgefüges durch die Polygonisation von Knickbändern zur relativ starken Vorzugsorientierung [4.25].

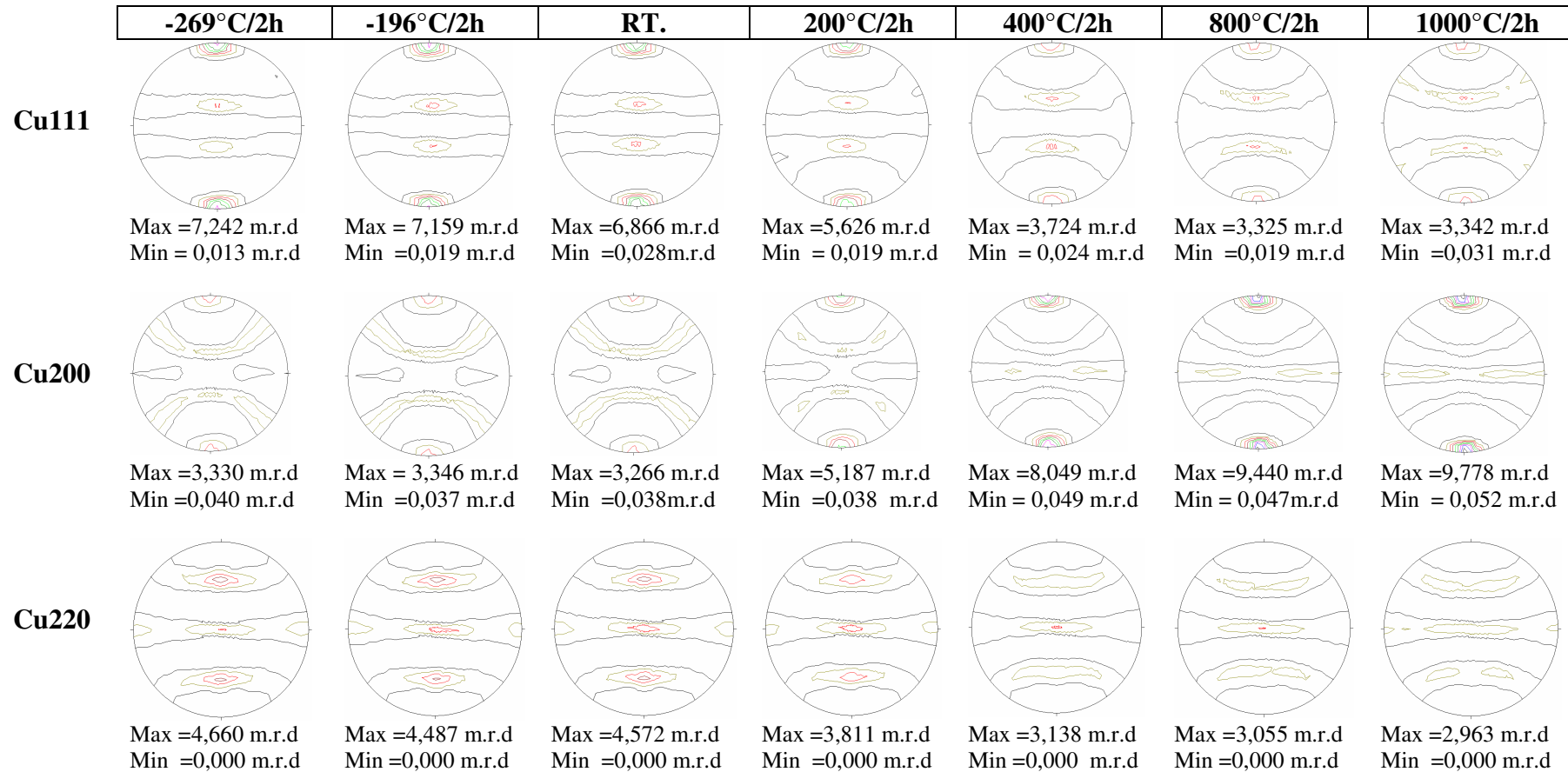
Cu – 50Vol.% Nb Verbundwerkstoffe

Abb.4.10a. Polfiguren im Cu bei Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoff

Cu – 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

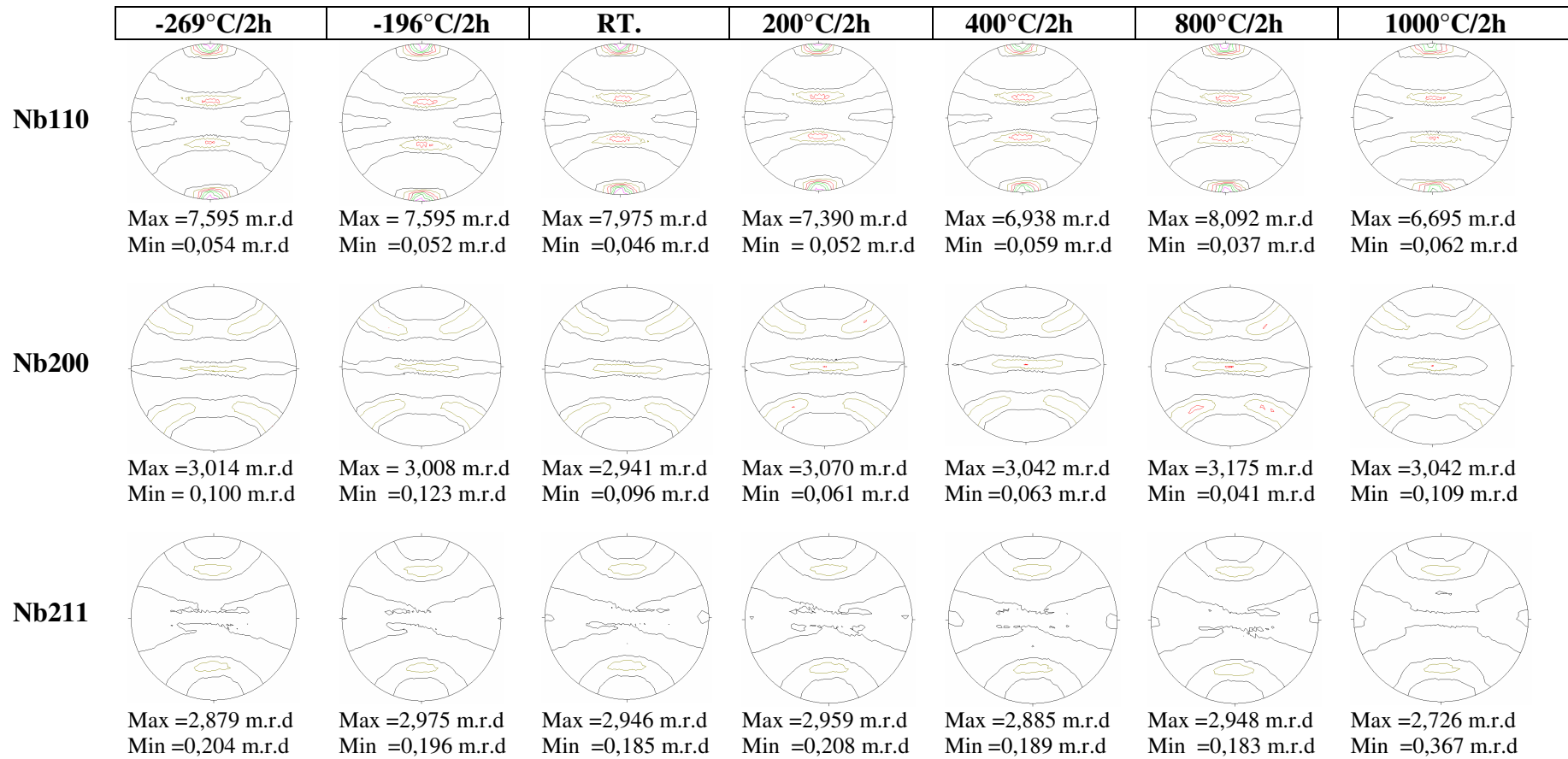


Abb.4.10b. Polfiguren von Nb im Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoff

Abbildung 4.10. Polfiguren der Proben bei der Kalt- und Wärmebehandlungen mit verschiedenen Temperaturen

Abbildung 4.11. zeigt die Polfiguren nach den Tieftemperaturbehandlungen, nachdem die Proben zuvor mit Temperaturen von 800°C und 1000°C gegläht wurden. Nach der Wärmebehandlung bei Temperatur von 800°C, und anschließenden Tieftemperaturbehandlungen mit der tiefen Temperatur von -196°C (77K) bis -269°C (4K) werden die Hauptintensitäten der Textur der Cu-Phase bei einer Temperaturen von -196°C etwas verstärkt und bei -269°C im Vergleich zur reinen Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 800°C geschwächt. In der Nb-Phase verändert sich die Hauptintensität der Textur fast genauso wie in der Cu-Phase.

Für die Probe nach der Wärmebehandlung mit 1000°C und anschließenden Tieftemperaturbehandlung von -196°C (77K) und -269°C (4K) werden die Hauptintensitäten der Textur der Cu-Phase geringfügig verstärkt. Bei der Temperatur -196°C (77K) wird der maximale Wert der Intensität (9,9 m.r.d.) von Cu (200) erreicht. In der Nb-Phase nehmen die Hauptintensitäten der Textur durch die Kaltbehandlung mit der tiefen Temperatur gegenüber der reinen Wärmebehandlung mit der Temperatur von 1000°C etwas ab.

4.3.2. Inverse Polfiguren von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen

Abbildung 4.12 zeigt die inversen Polfiguren der thermisch behandelten Proben (kalt und warm). Die inversen Polfiguren der Ausgangstextur (Raumtemperatur) zeigen die stärksten Orientierungen von Cu (111) und relativ hohe Intensitäten von Cu (100) in RD-Richtung (entspricht der Strangpressrichtung). In ND-Richtung wird die stärkste Orientierung von Cu (110) und in TD -Richtung die stärkste Orientierung von Cu (110) sowie die relative starke Orientierung von Cu (111) erreicht. Für die Nb – Phase zeigt die inverse Polfigur die stärkste Vorzugsorientierung von Nb (110) in RD-Richtung. In ND-Richtung liegen die hohen Intensitäten von Nb (111) und Nb (100). In TD -Richtung liegt die höchste Intensität der inverse Polfigur von Nb (111). Es handelt sich um eine typische 110- Fasertextur der krz-Struktur.

Bei den tiefen Temperaturen zeigen die Intensitäten und Orientierungen der inversen Polfiguren der Cu-Phase fast keine Veränderungen. Für die Nb-Phase treten kleine abnehmende Intensitäten nur in RD -Richtung der inversen Polfiguren auf.

Bei der Wärmebehandlung mit zunehmenden Temperaturen von 200°C auf 1000°C wird die stärkste Orientierung von Cu (111) nach Cu (100) in RD -Richtung entwickelt. Die maximale Intensität (= 9,3 m.r.d. von Cu (100)) liegt bei einer Glühtemperatur von 800°C. In ND-Richtung wird die hohe Intensität von Cu (110) nach Cu (100) und Cu (110) vergrößert. In TD- Richtung werden die hohen Intensitäten von Cu (110) und Cu (111) nach Cu (110) und Cu (100) entwickelt. Der Verlauf der Orientierungsänderung weist die Entwicklung von der Verformungstextur zur Rekristallisationstextur der Cu-Phase auf. Für die Nb-Phase tritt die abnehmende Tendenz der Intensität von den inversen Polfiguren bei Nb (110) in RD-Richtung auf. In ND-und TD- Richtung ändern sich die Intensitäten und Positionen der Orientierung der Nb-Phase sehr wenig.

Abbildung 4.13 zeigt eine Übersicht über die inversen Polfiguren bei Wärmebehandlung mit Temperaturen von 800°C und 1000°C, und anschließender Tieftemperaturbehandlung -196°C (77K) bzw. -269°C (4K).

Cu – 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

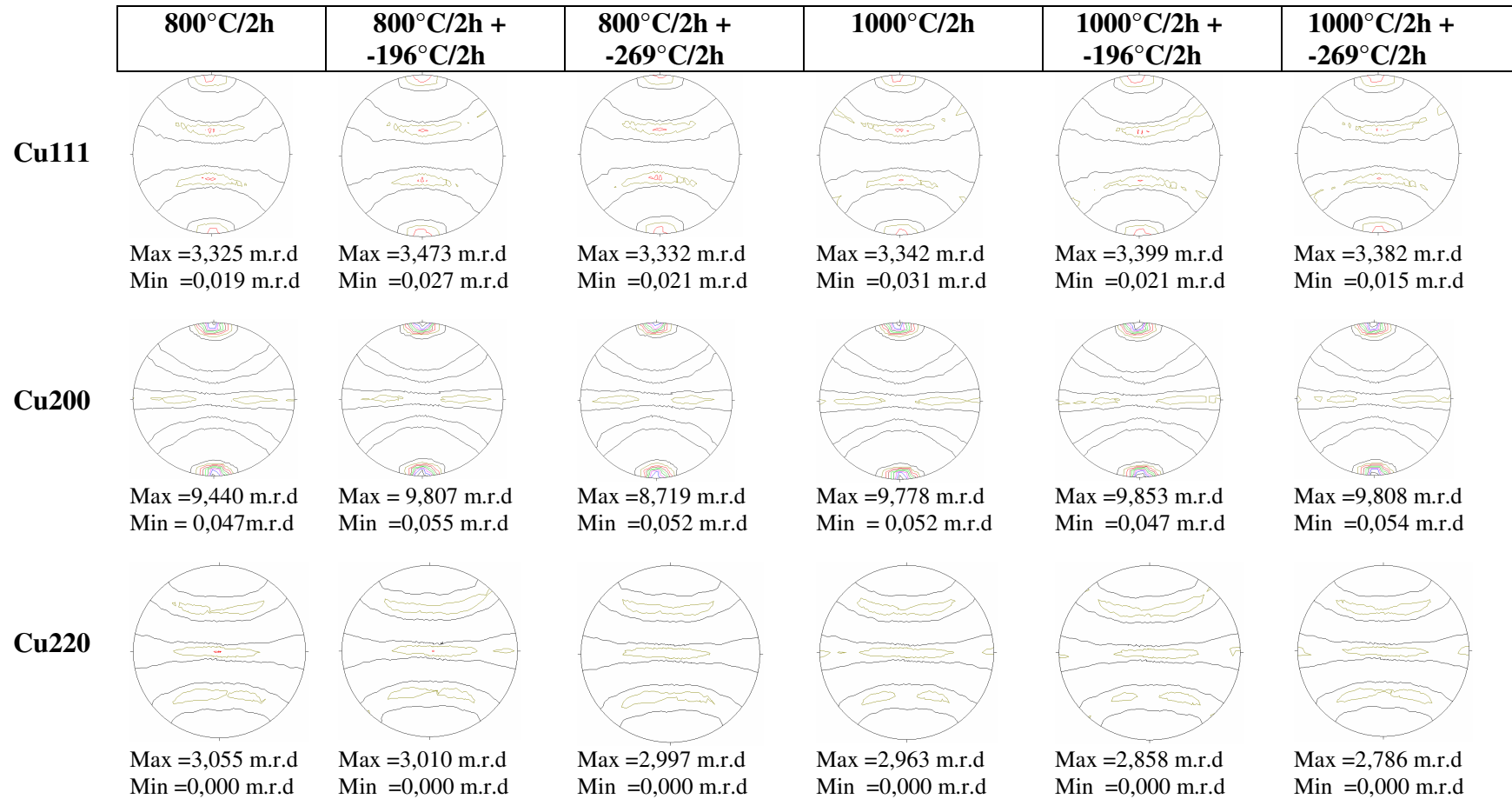


Abb.4.11a. Polfiguren der Cu-Phase

Cu – 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

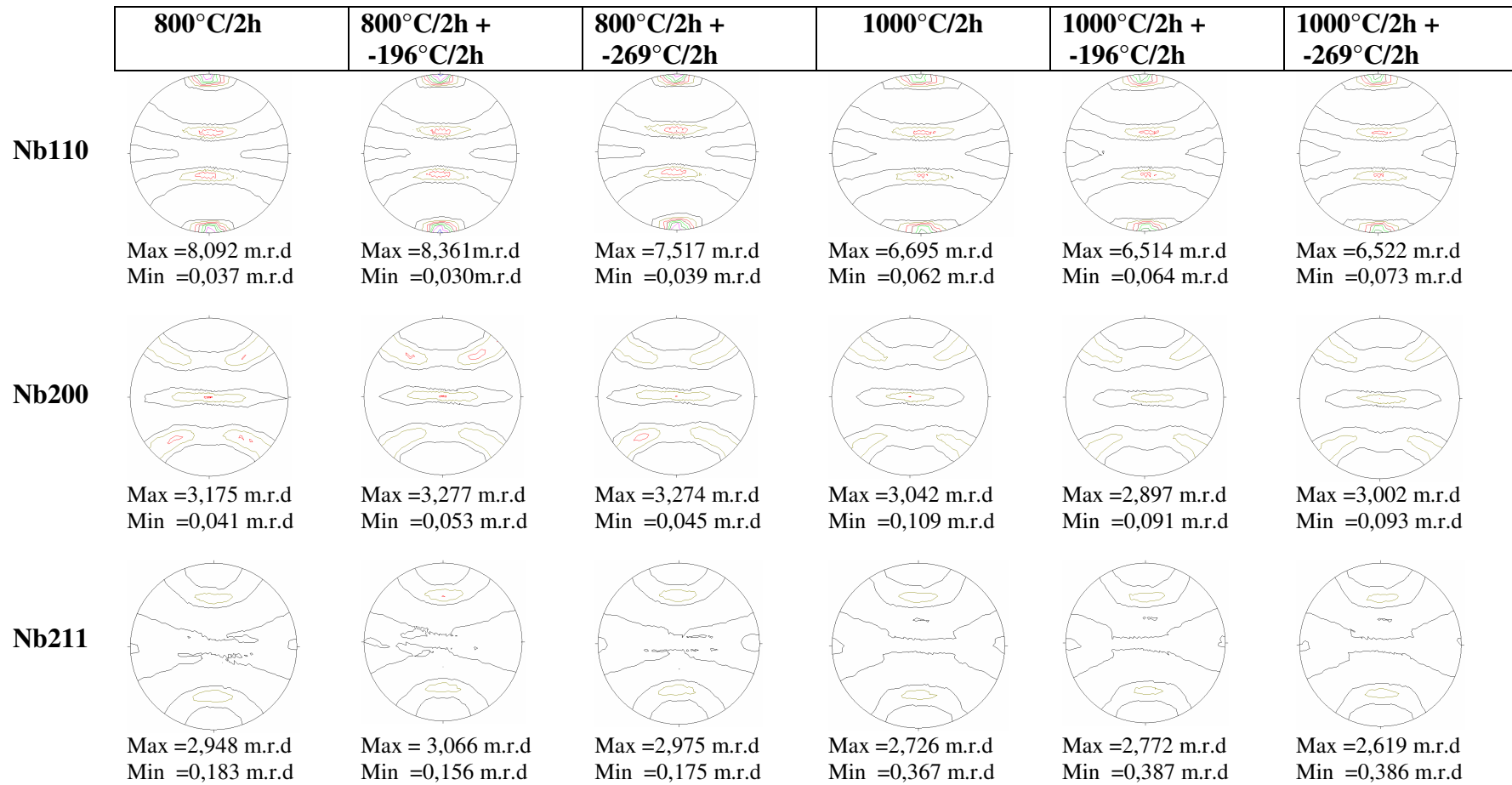


Abb.4.11b. Polfiguren der Nb-Phase

Abbildung 4.11. Polfiguren der Cu -50Vol.%Nb Proben bei der Kaltbehandlung

Cu – 50Vol.% Nb Verbundwerkstoffe

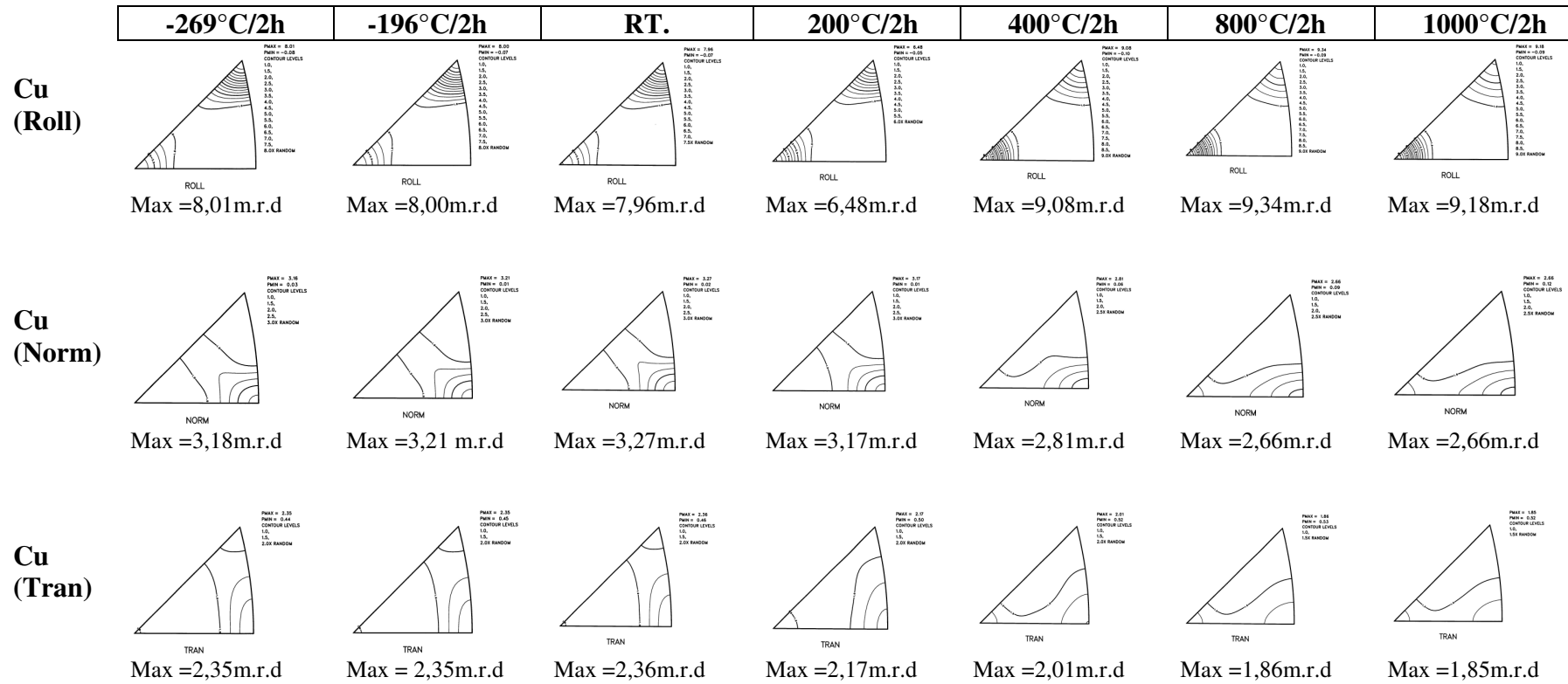


Abb.4.12a. Inverse Polfiguren der Cu-Phase

Cu – 50Vol.% Nb Verbundwerkstoffe

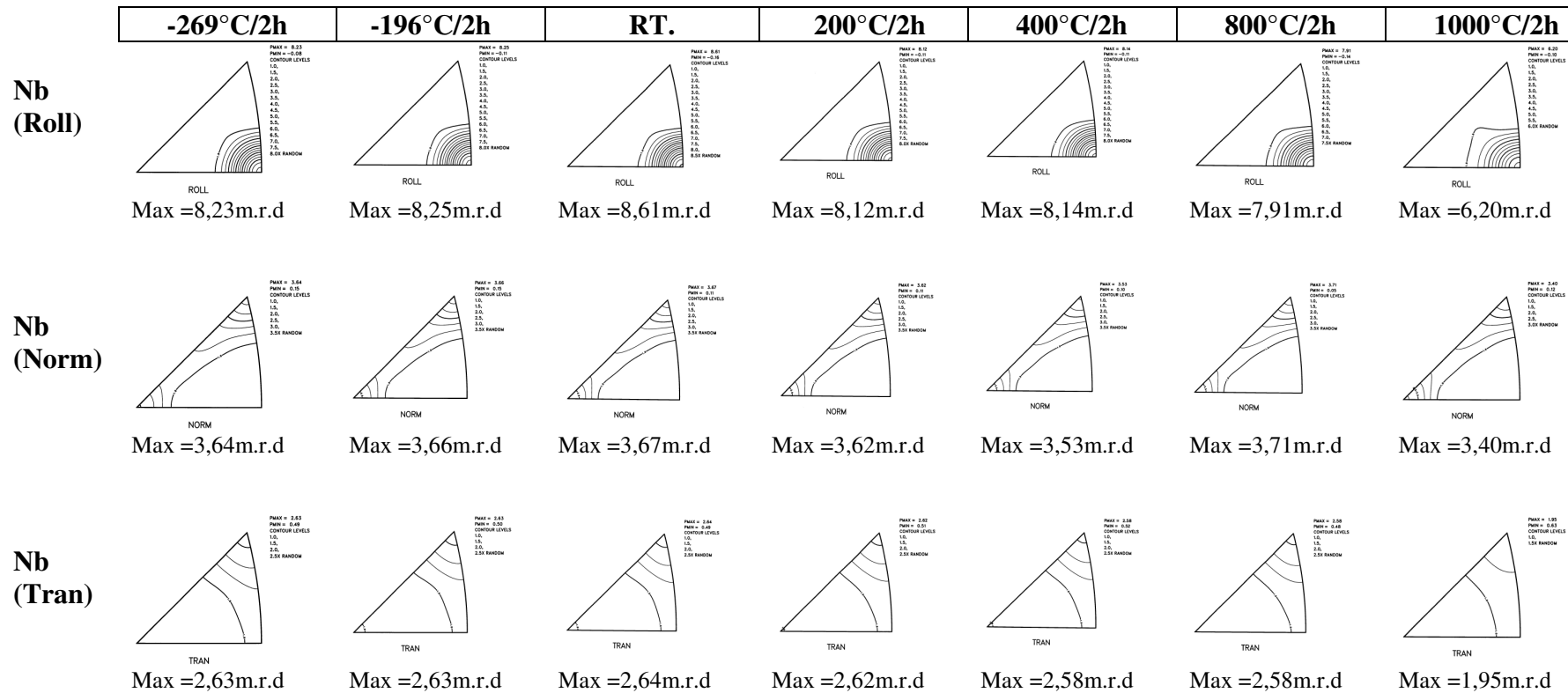


Abb.4.12b. Inverse Polfiguren der Nb-Phase

Abbildung 4.12. Inverse Polfiguren der Cu -50Vol.%Nb -Proben bei Kalt- und Wärmebehandlungen mit verschiedenen Temperaturen

Cu – 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

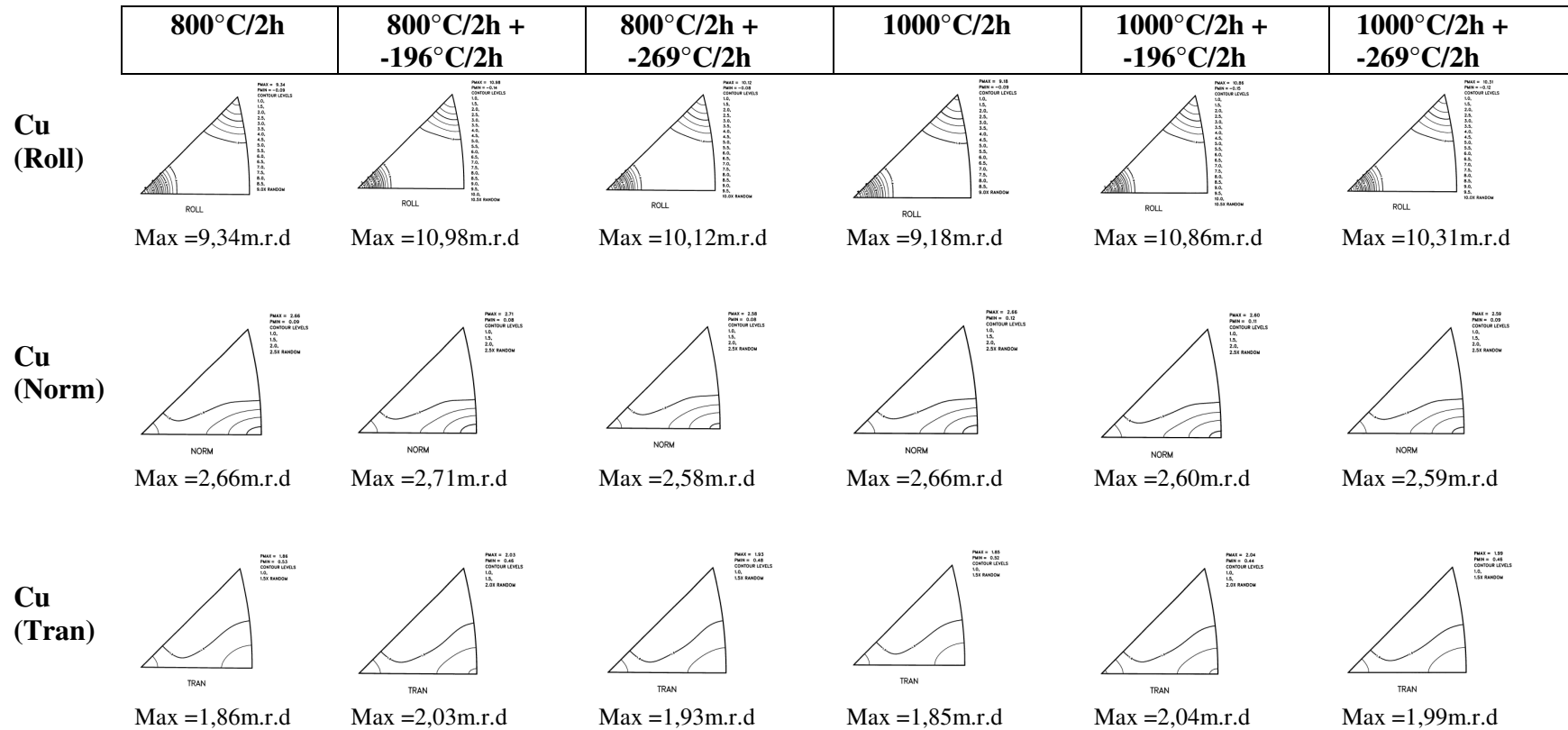


Abb.4.13a. Inverse Polfiguren der Cu-Phase

Cu – 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

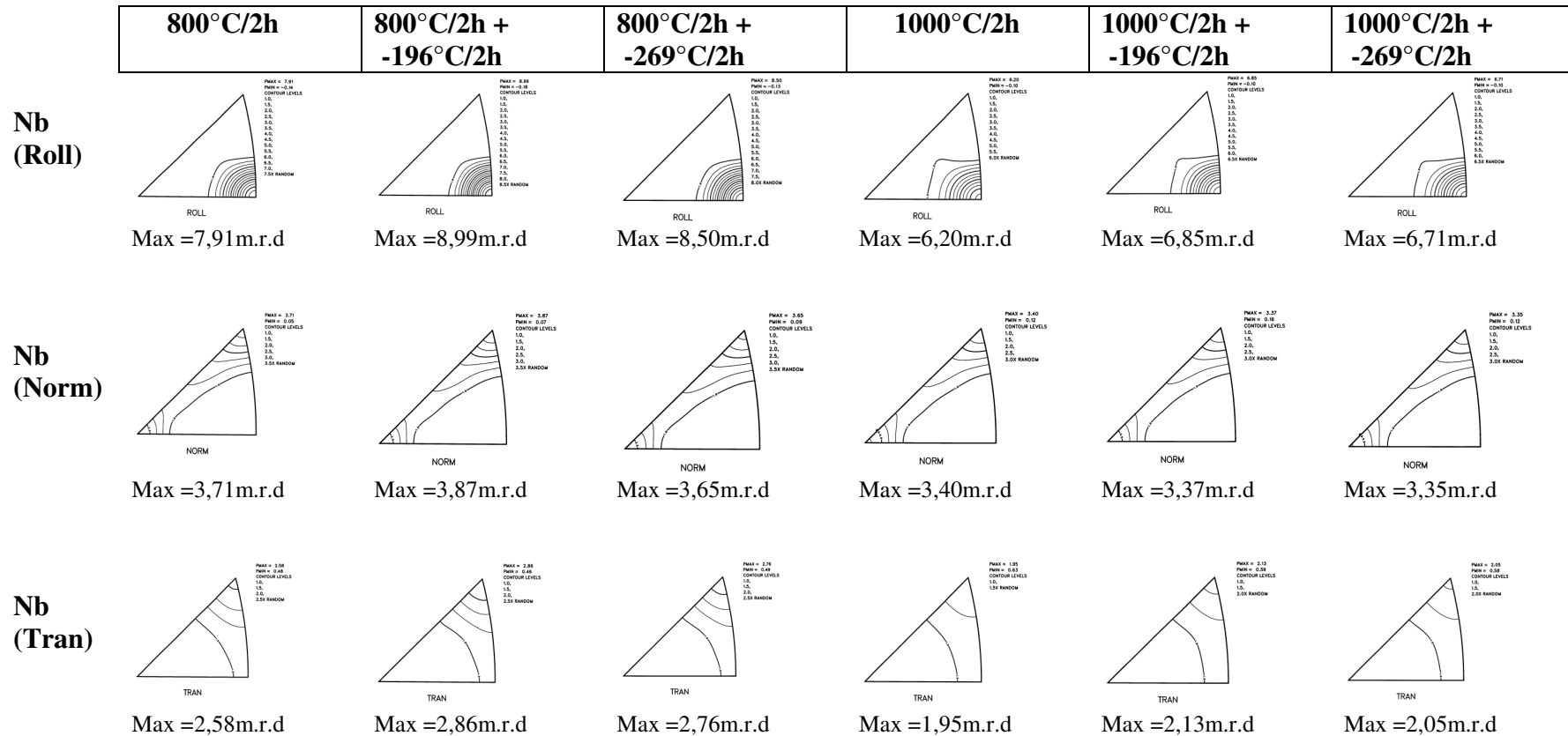


Abb.4.13b. Inverse Polfiguren der Nb-Phase

Abbildung 4.13. Inverse Polfiguren der Cu -50Vol.%Nb -Proben bei Kaltbehandlungen

Für die Proben nach der Wärmebehandlung mit 800°C und anschließender Tieftemperaturbehandlung mit Temperaturen von -196°C (77K) und -269°C (4K) treten geringfügig höhere Intensitäten in der Cu-Phase im Vergleich zur reinen Wärmebehandlung auf. Die maximale Intensität von 11,0 m.r.d. für Cu (100) liegt bei der Temperatur -196°C in RD -Richtung. Für die Nb sind nur geringe Änderungen zu erkennen..

Bei Wärmebehandlungen von 1000°C und anschließender Tieftemperaturbehandlung sind die Ergebnisse ähnlich wie bei den 800°C getemperten und gekühlten Proben (siehe Abb.4.13a). Die stärkste Intensität (= 10,9 m.r.d. von Cu (100)) liegt bei der Temperatur -196°C.

Entsprechend den Abbildung 4.12 und 4.13 zeigen die Abbildungen 4.14, 4.15 und 4.16 die Regelungsgrade der inversen Polfiguren für beide Phasen der Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe. Die obige Beschreibung wird durch diese Darstellungen verdeutlicht.

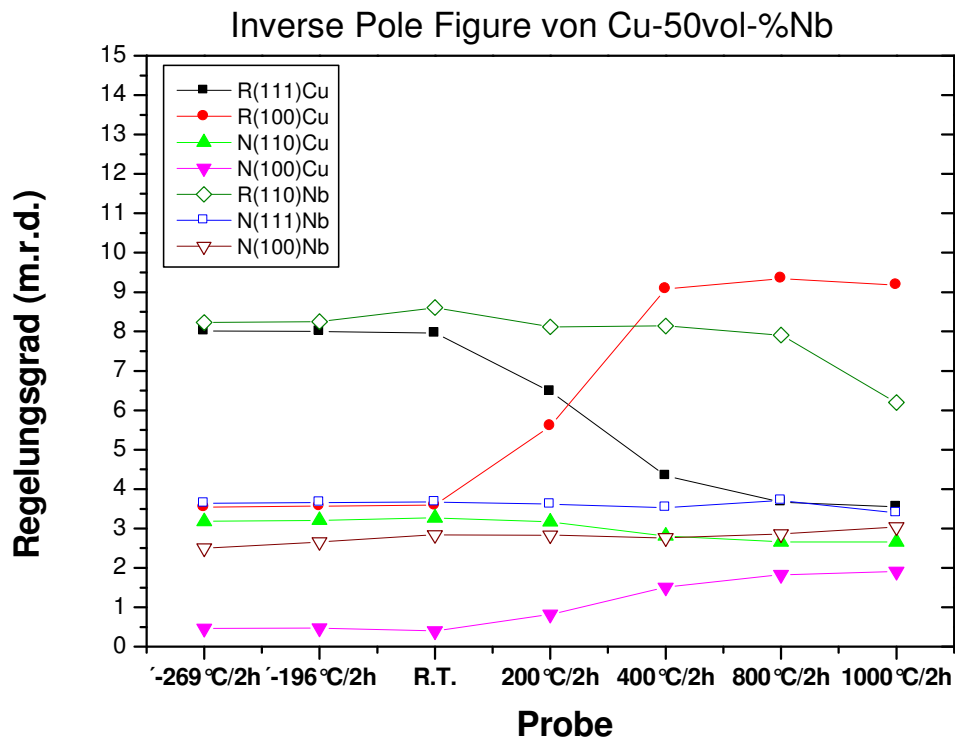


Abbildung.4.14. Regelungsgrade der inverse Polfiguren von der Cu -50Vol.-%Nb

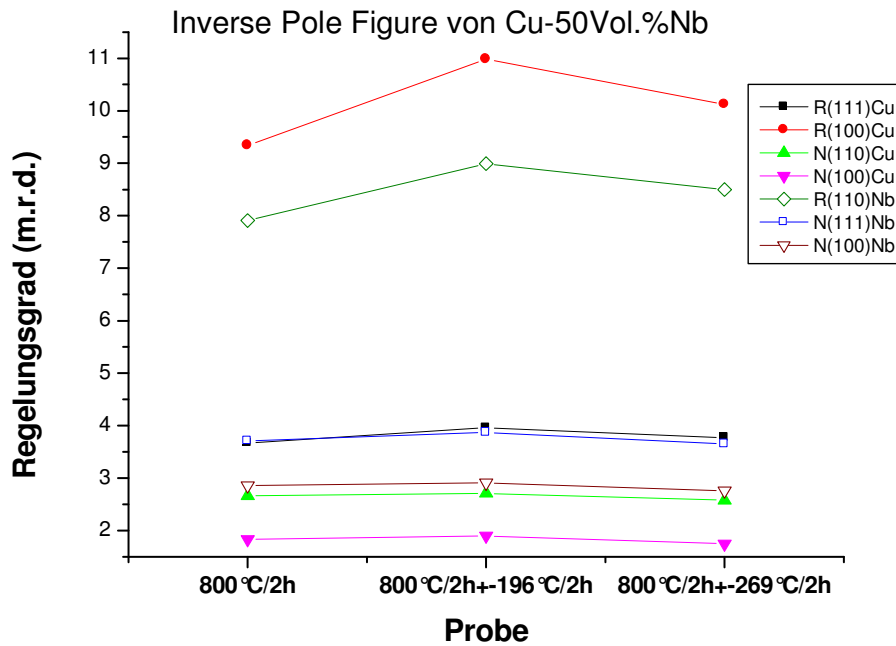


Abbildung.4.15. Regelungsgrade der inverse Polfiguren bei 800°C

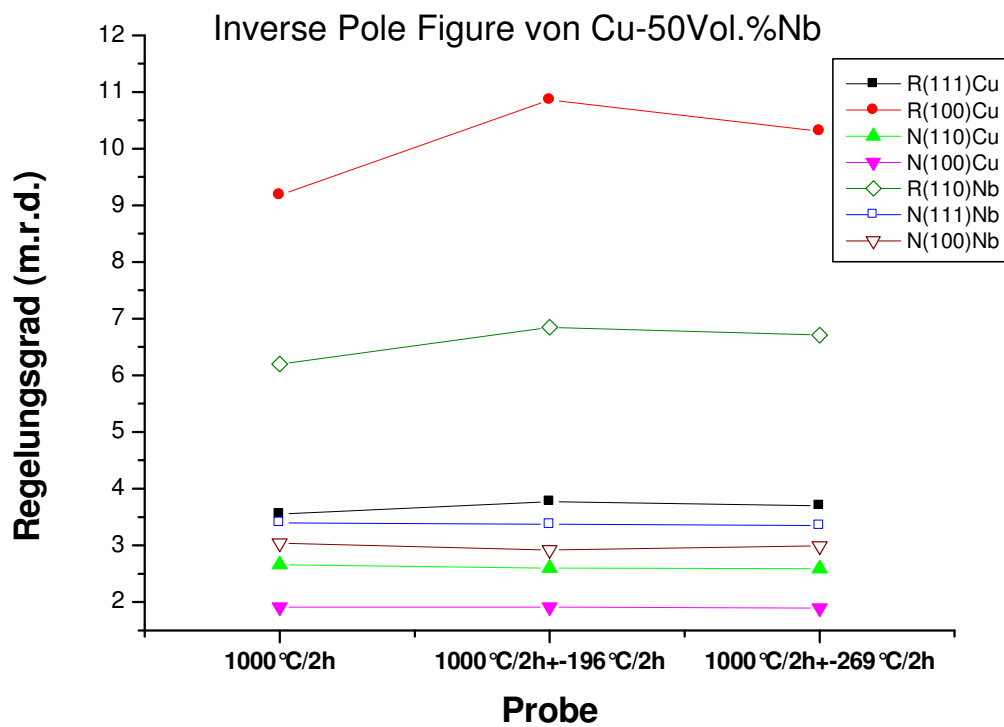


Abbildung.4.16. Regelungsgrade der inverse Polfiguren bei 1000°C

4.3.3. Dreidimensionale ODF von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen

Mit Hilfe der dreidimensionalen Orientierungsverteilungsfunktionen (ODF) kann man die vollständige Textur mit Darstellung von idealen Komponenten und idealen Fasern beschreiben [4.2, 4.3, 4.26].

Abbildung 4.17 zeigt die dreidimensionalen Orientierungsverteilungsfunktionen (ODF) der Ausgangstexturen der Cu- und Nb-Phasen mit entsprechenden φ -Schnitten. Mit Hilfe der Abbildung 4.4 ist als stärkste Komponente G/B $\{110\}\langle 111 \rangle$ und als schwache Komponenten die Würfel-Lage $\{001\}\langle 100 \rangle$ und die Goss-Lage $\{110\}\langle 001 \rangle$ beim Cu zu beschreiben. Für die Nb-Phase treten die typischen Verformungskomponenten Rot- C_{ND} $\{001\}\langle 110 \rangle$, Rot- G_{ND} $\{110\}\langle 110 \rangle$ und Aluminium $\{112\}\langle 110 \rangle$ auf. Mit der Faser-Methode ist eine sehr starke α -Faser bei der Nb-Phase zu sehen.

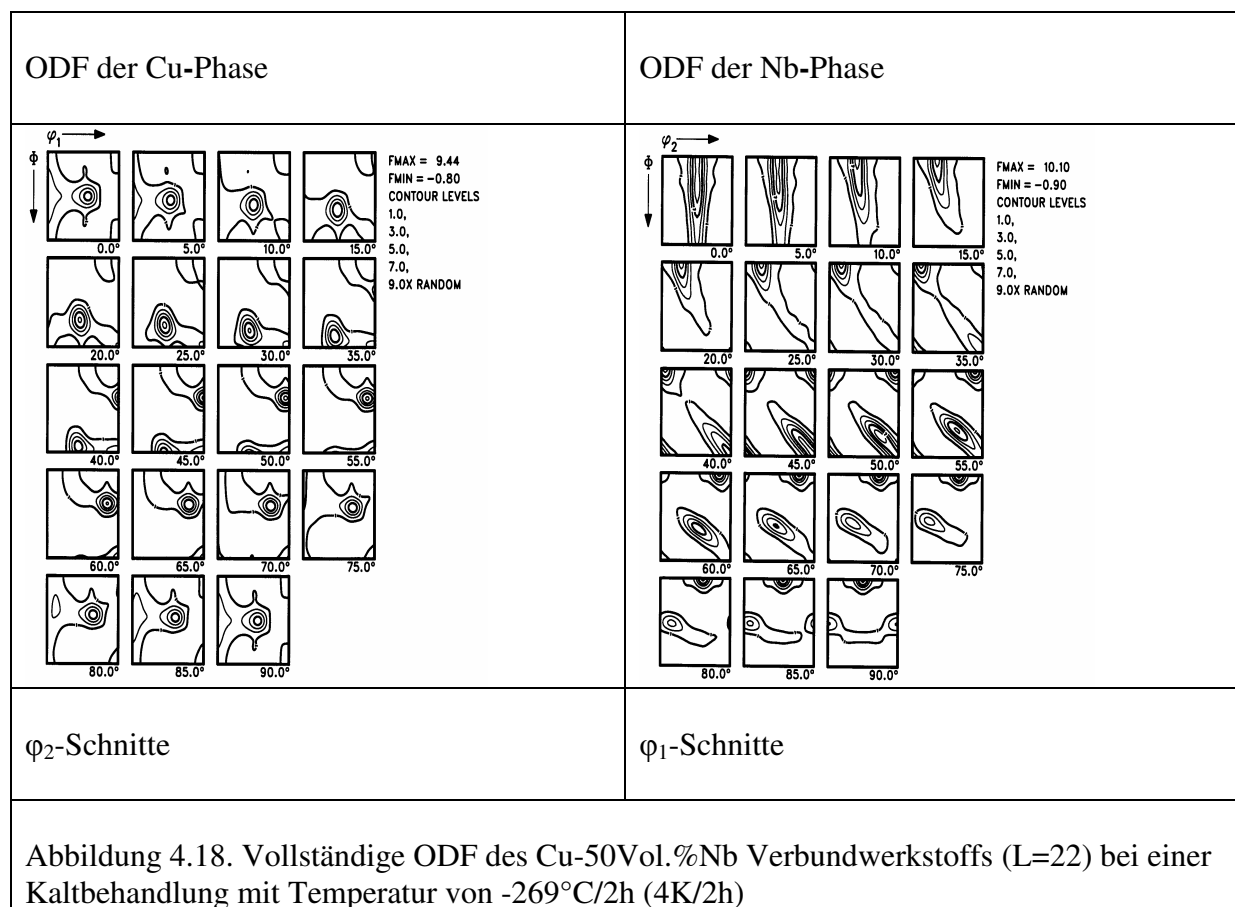
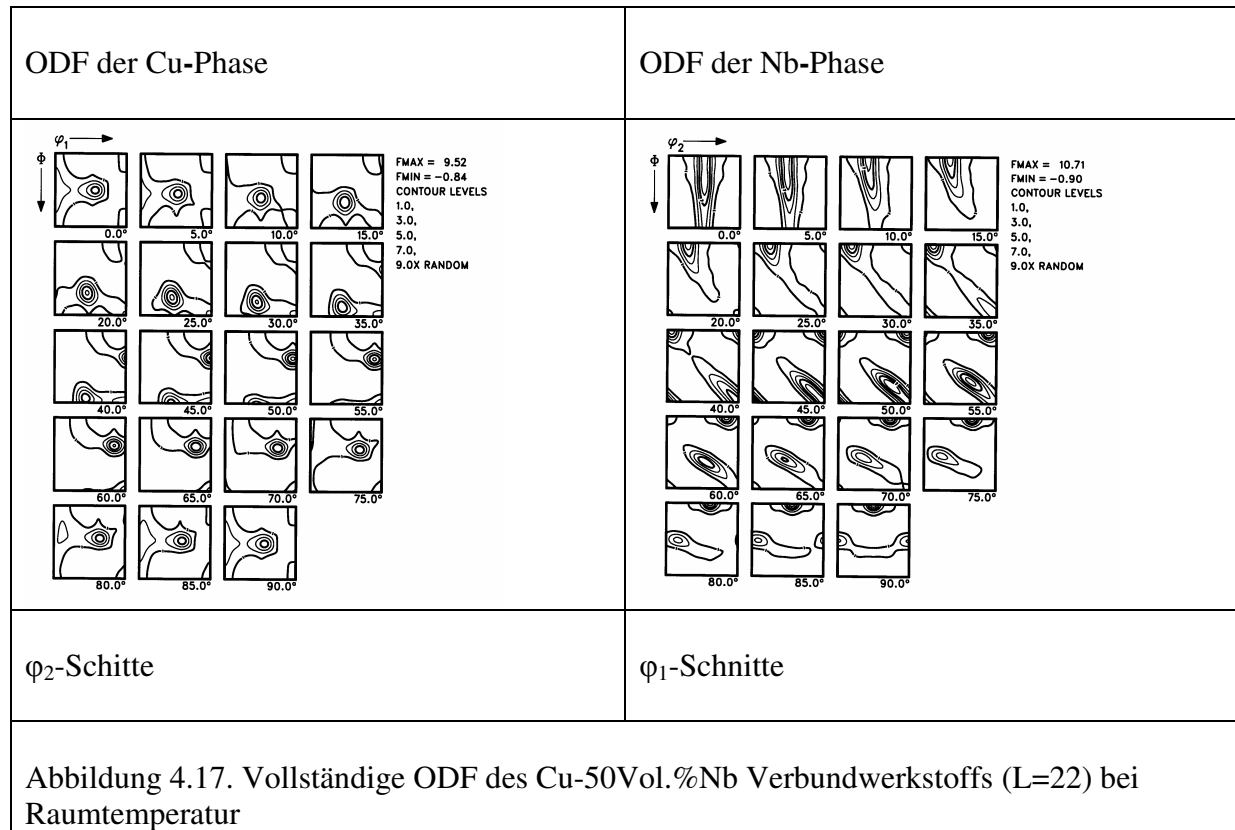
In den Abbildungen 4.18 und 4.19 werden die ODF's der Tieftemperaturbehandlungen dargestellt. Beide Abbildungen zeigen ähnliche Texturverteilungen wie in der Ausgangstextur in Abbildung 4.17 für beide Phasen. Die Intensitäten aller Komponenten haben ähnliche Werte.

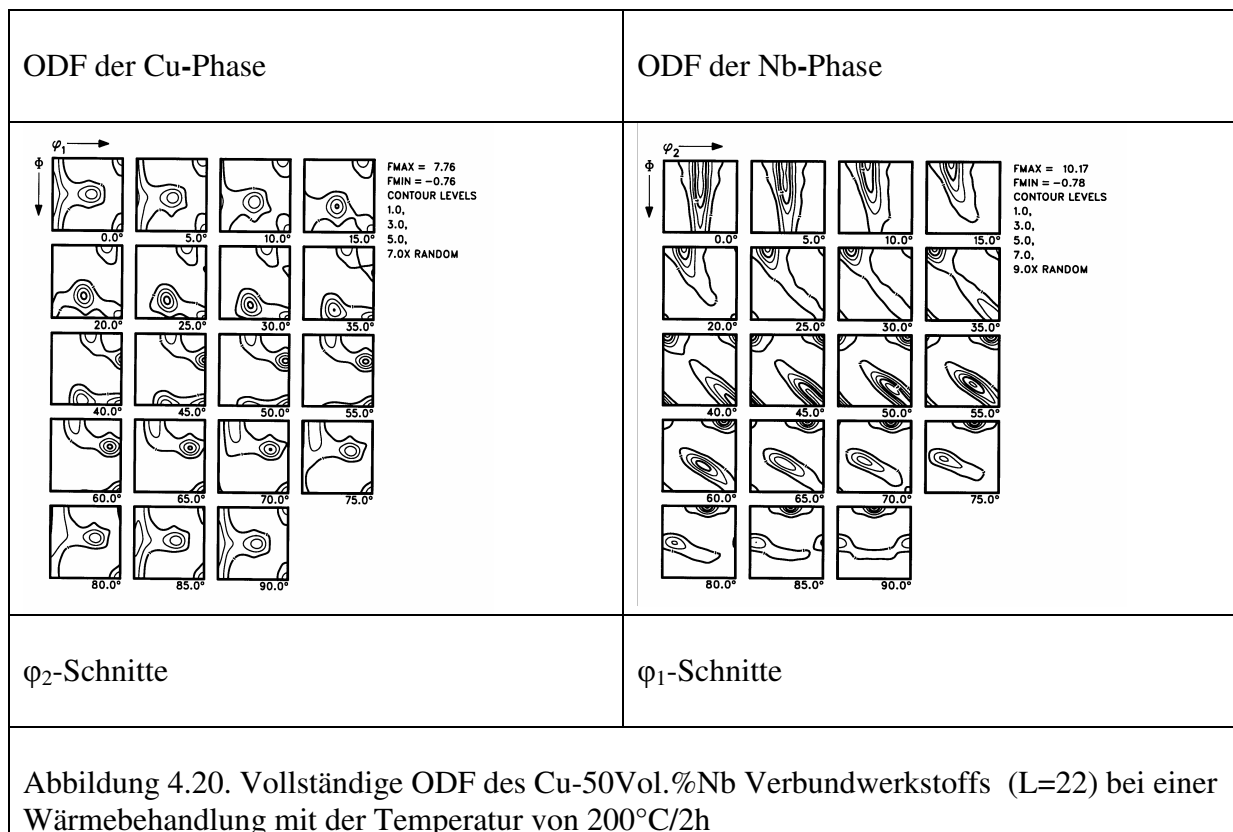
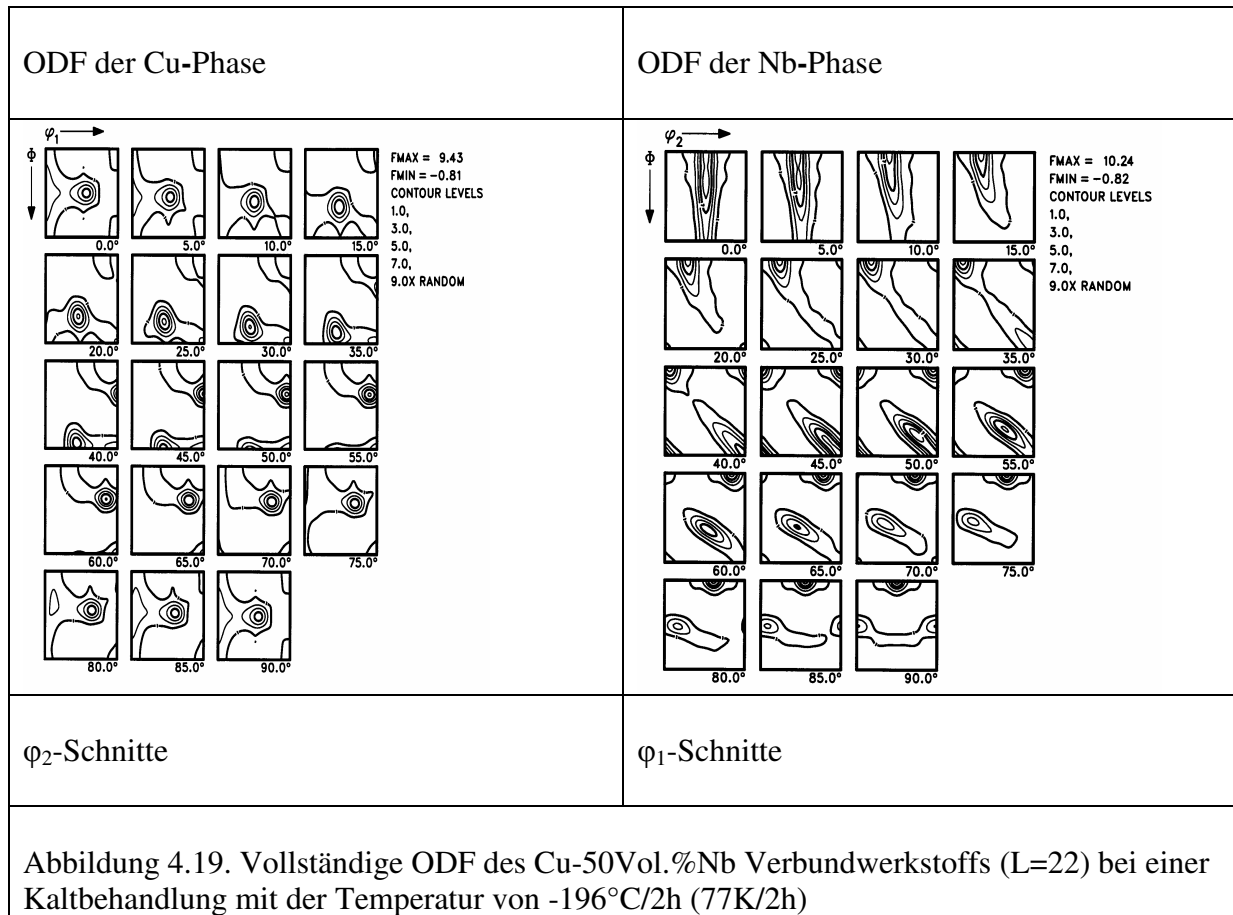
In den Abbildungen 4.20, 4.21, 4.22 und 4.25 werden die ODF's nach der Wärmebehandlung mit den verschiedenen Temperaturen von 200°C bis 1000°C dargestellt. Mit zunehmender Temperatur verstärken sich die Intensitäten der Würfel-Lage und der Goss-Lage deutlich. Die Intensitäten der G/B-Lage nimmt ab. Die Würfel-Lage ist das Hauptmerkmal der Rekristallisationstextur in der kfz - Struktur. Für die Nb-Phase nehmen die Intensitäten aller Komponenten ab. Bei 1000°C sind die minimalen Intensitäten aller Komponenten der Nb-Phase. Mit der Faser-Methode nehmen die Intensitäten der starken α -Faser mit zunehmender Temperatur ab. α -Faser und γ -Faser sind die typischen Merkmale der Verformungstextur einer krz - Struktur.

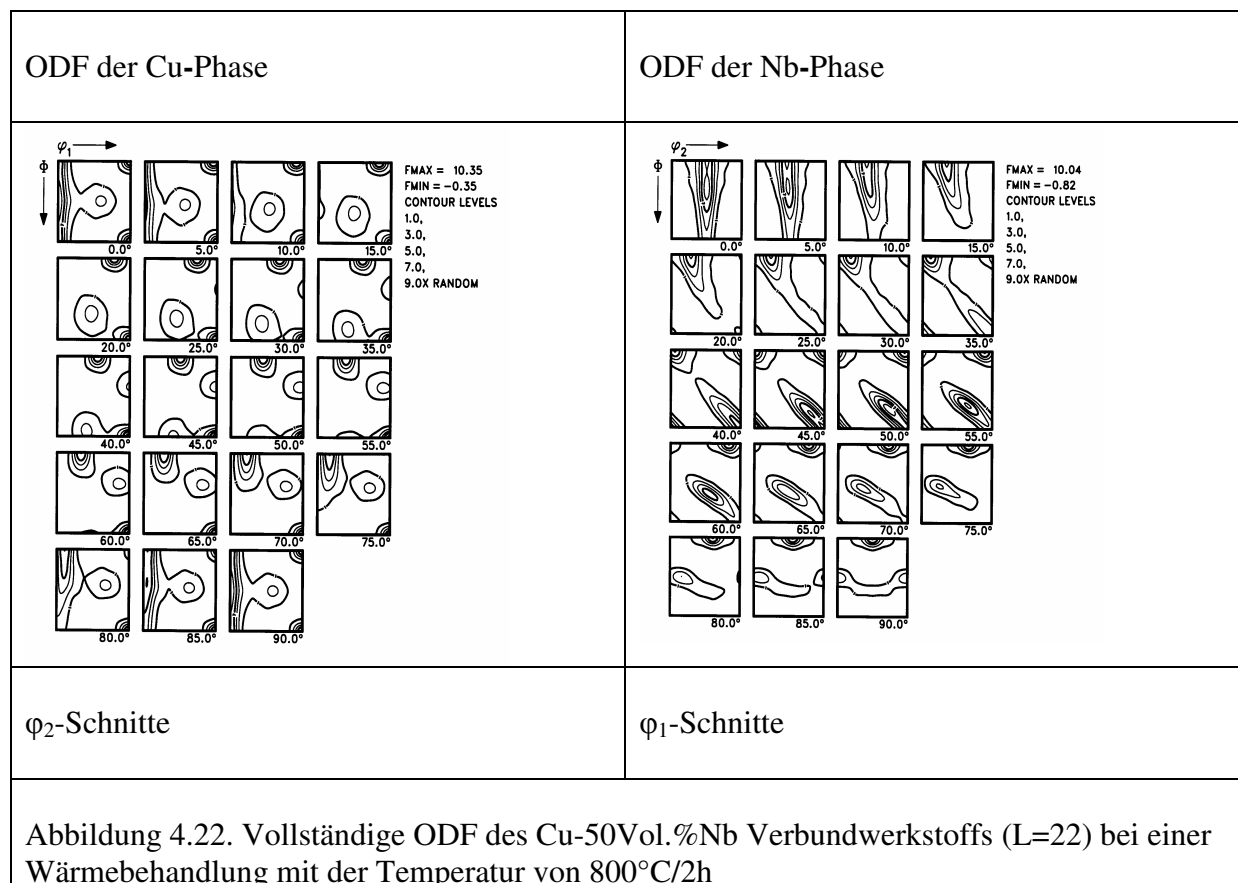
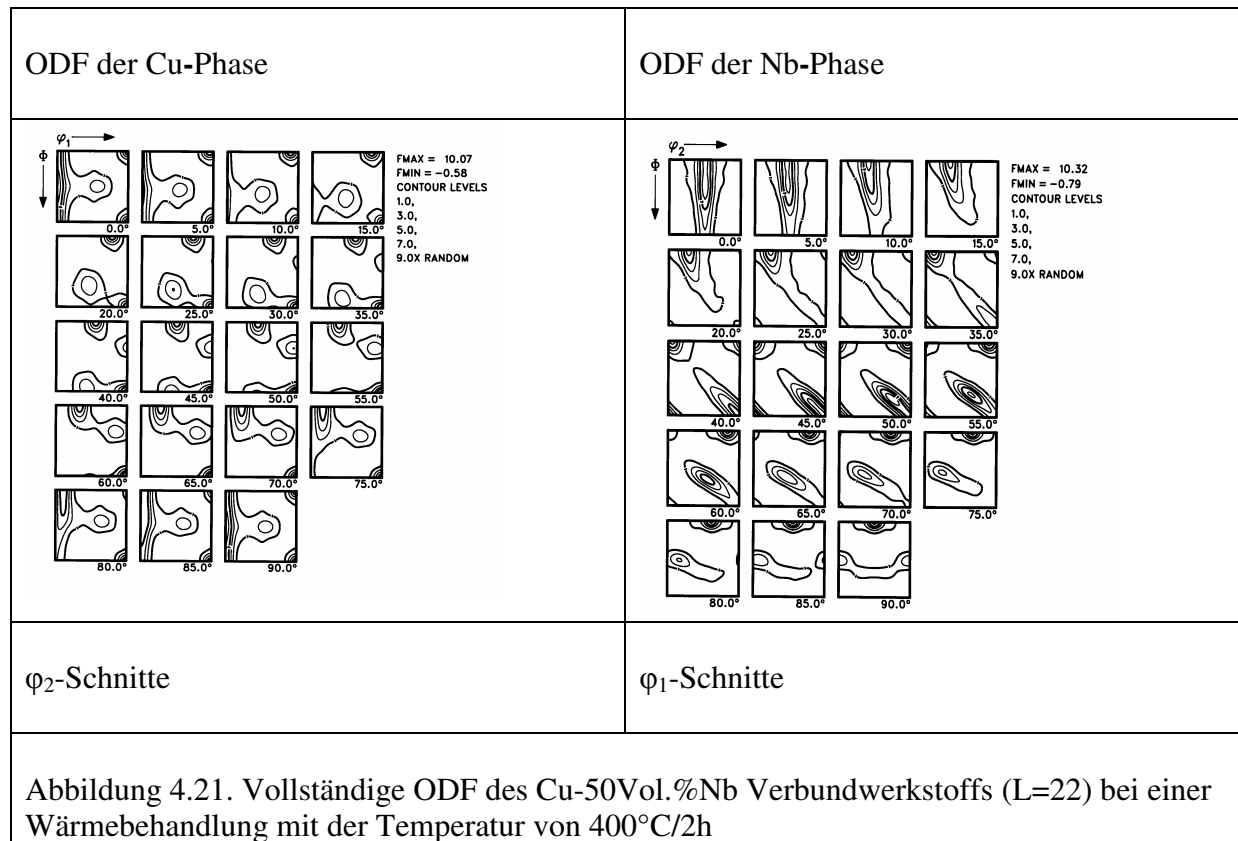
Abbildung 4.23 und 4.24 zeigen die ODF's mit einer Wärmebehandlung bei 800°C und anschließender Tieftemperaturbehandlung. Im Vergleich zur Probe mit reiner Wärmebehandlung werden die annähernden Werte der Intensitäten von den entsprechenden Komponenten von Cu- und Nb- Phasen dargestellt. Bei -196°C sind die höchsten Werte aller Komponenten für beide Phasen zu finden.

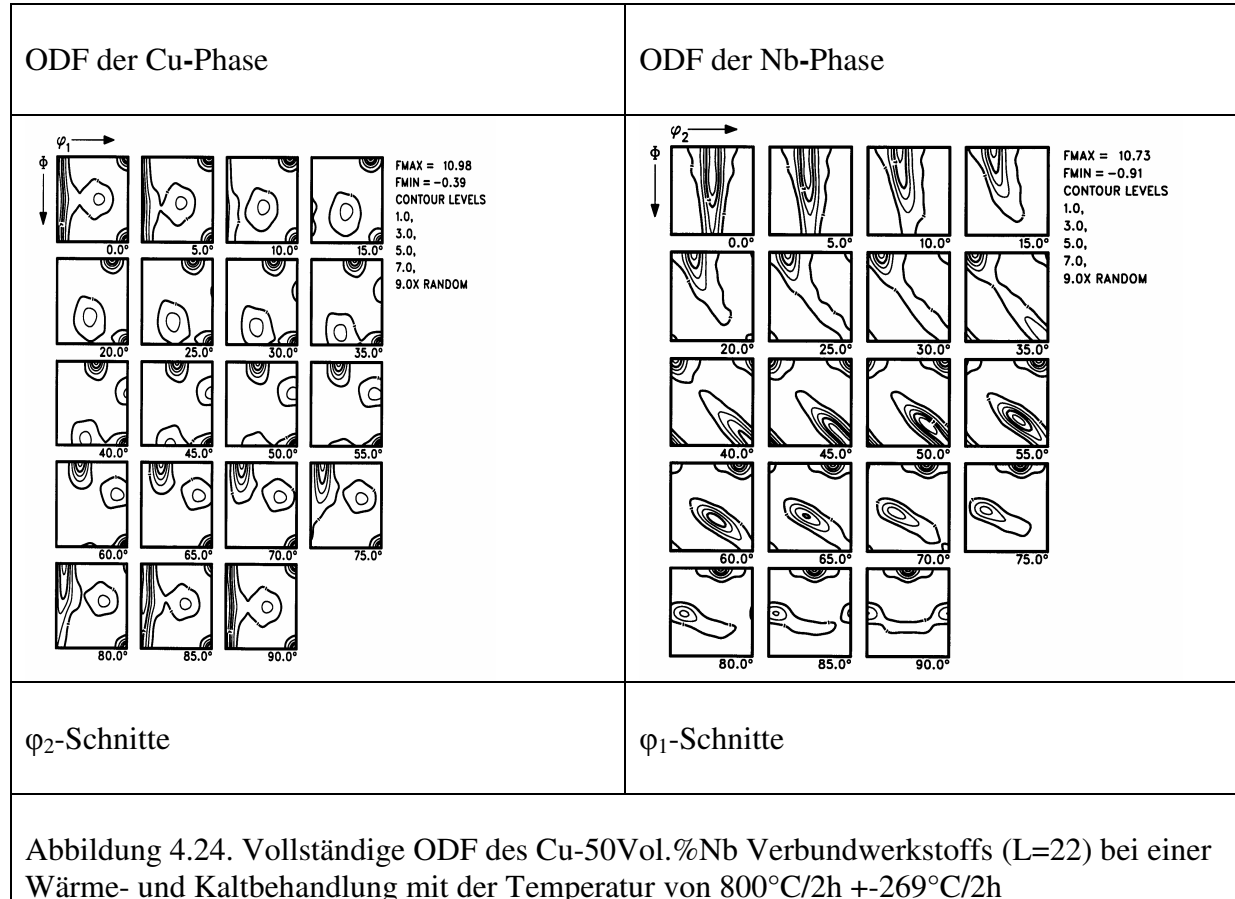
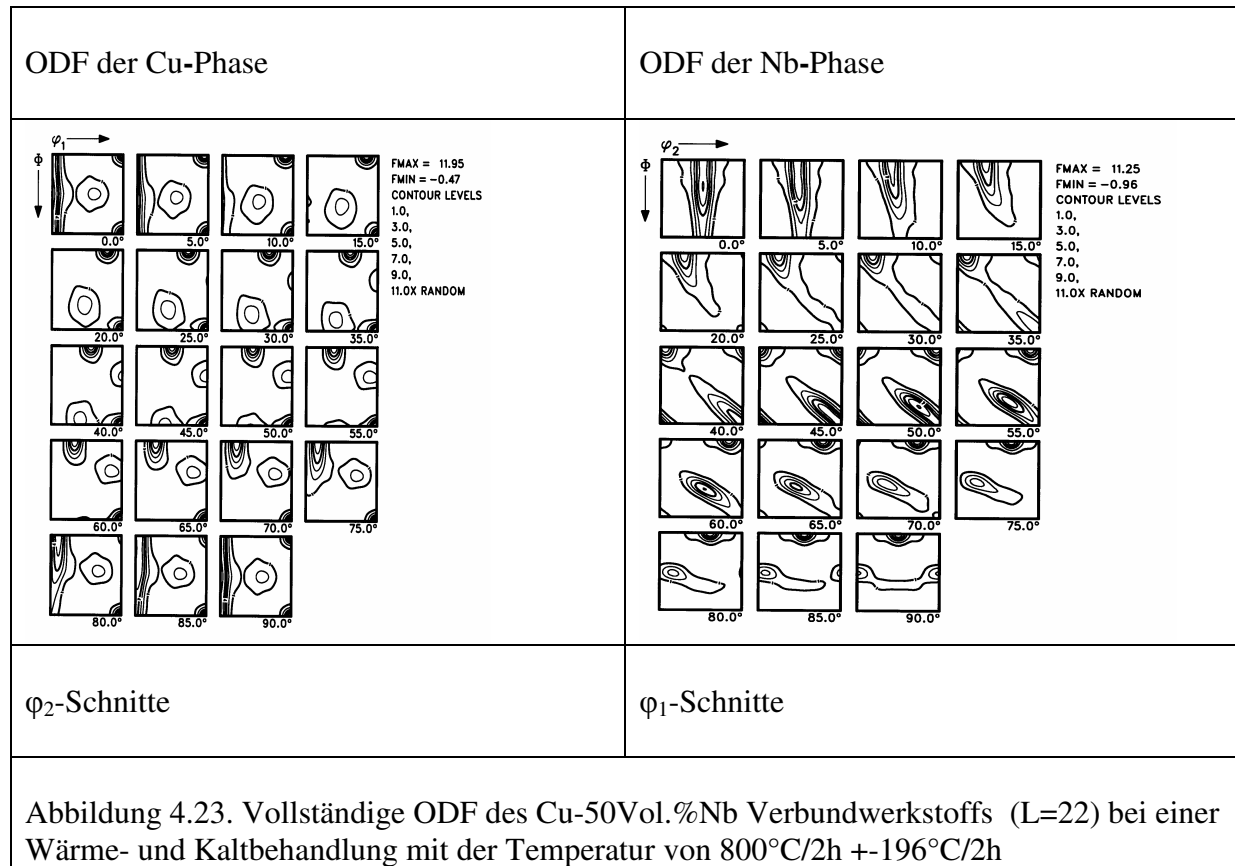
In den Abbildungen 4.26 und 4.27 sind die ODF's nach Wärmebehandlung von 1000°C und anschließender Tieftemperaturbehandlung dargestellt. Gegenüber der Probe mit reiner Wärmebehandlung entsteht eine im Rahmen der Messgenauigkeit identische Textur für beide Phasen. Bei -196°C entwickeln sich die größten Werte von allen Komponenten für beide Phasen. Der Unterschied des Intensitätswerts jeder entsprechender Komponenten ist in beiden Abbildungen klein.

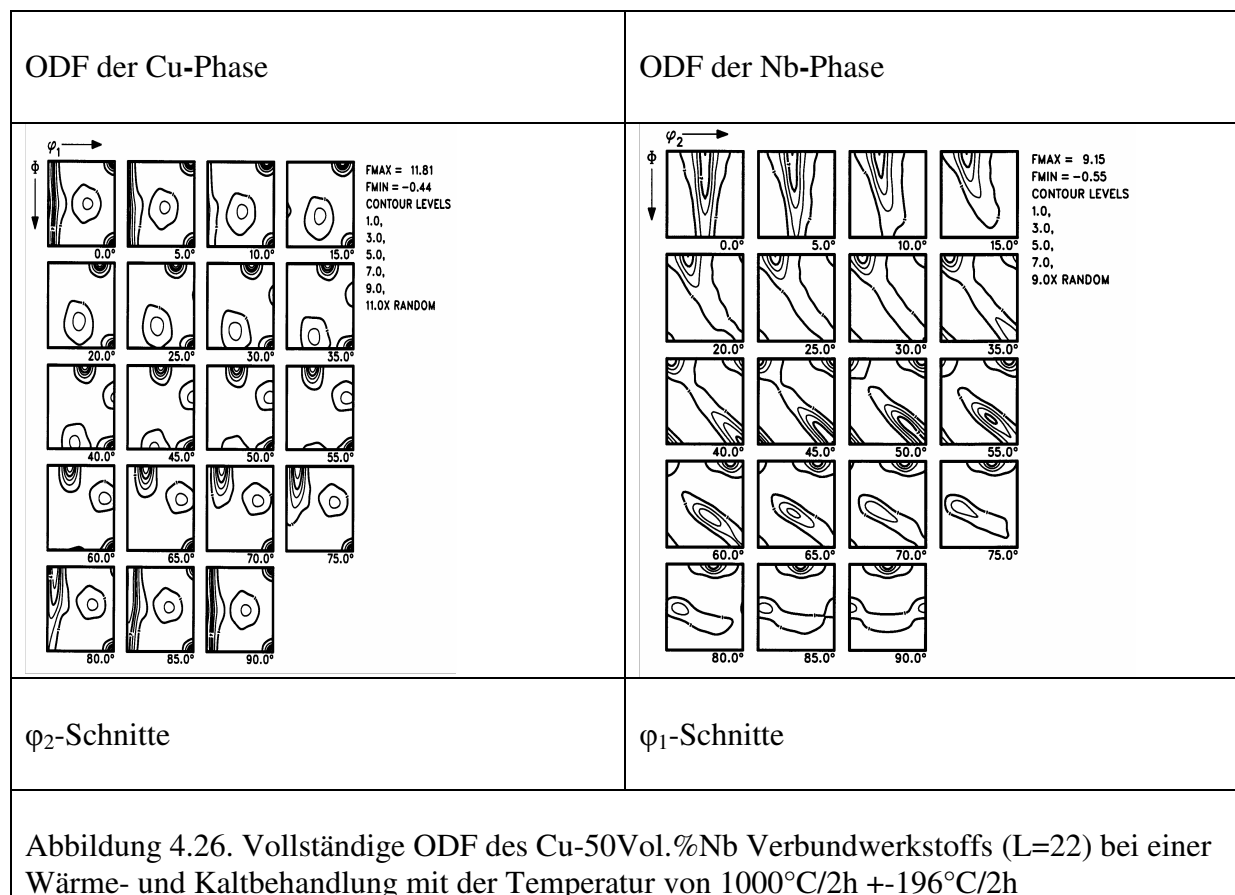
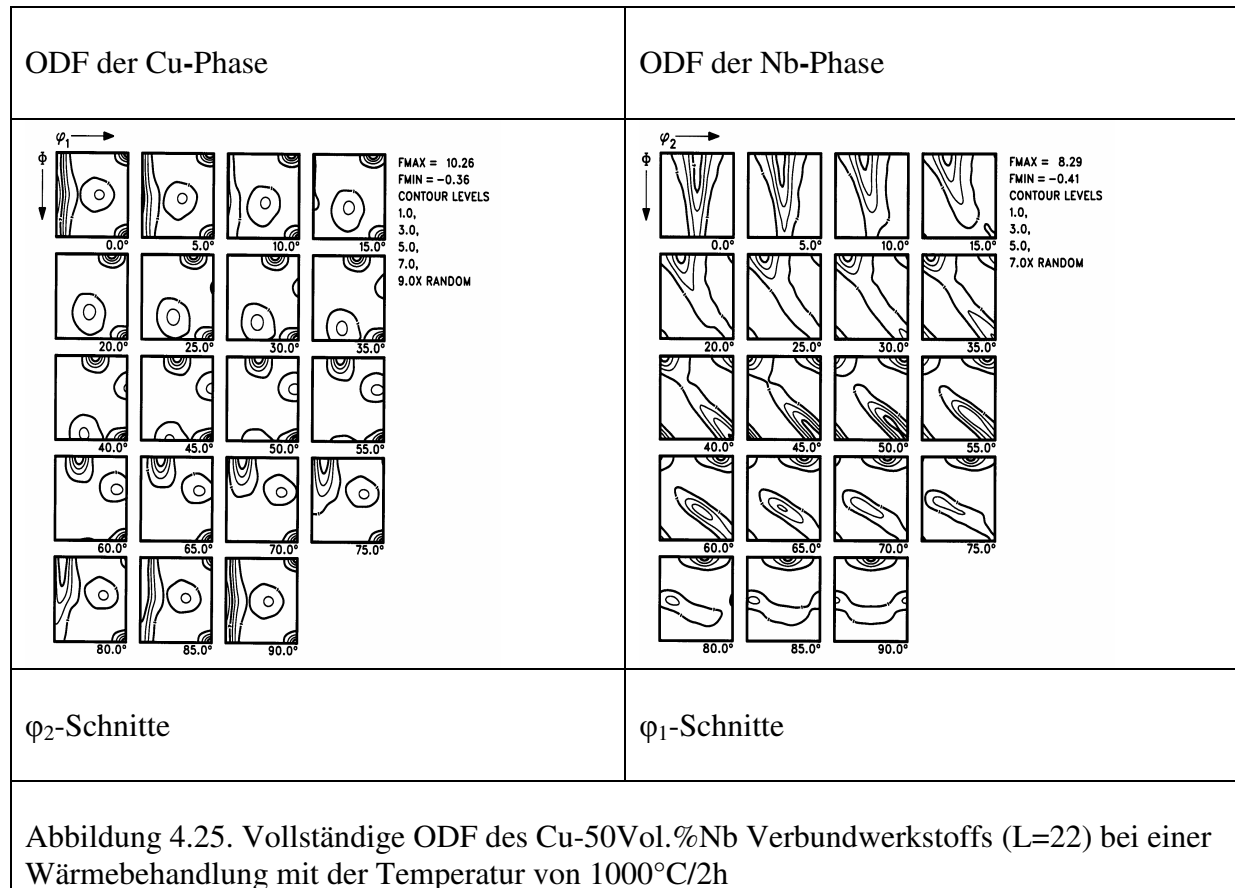
In Abbildung 4.28 bis 4.33 werden die Komponenten der Texturen aller Proben dargestellt. Von Abbildung 4.34 bis 4.39 werden die α -Faser und γ -Faser der Nb-Phase für alle Proben gezeigt. Im Vergleich zur obigen Beschreibung werden die Erklärungen über die Texturverteilungen, die Verformungssymmetrie und Tendenz verdeutlicht.

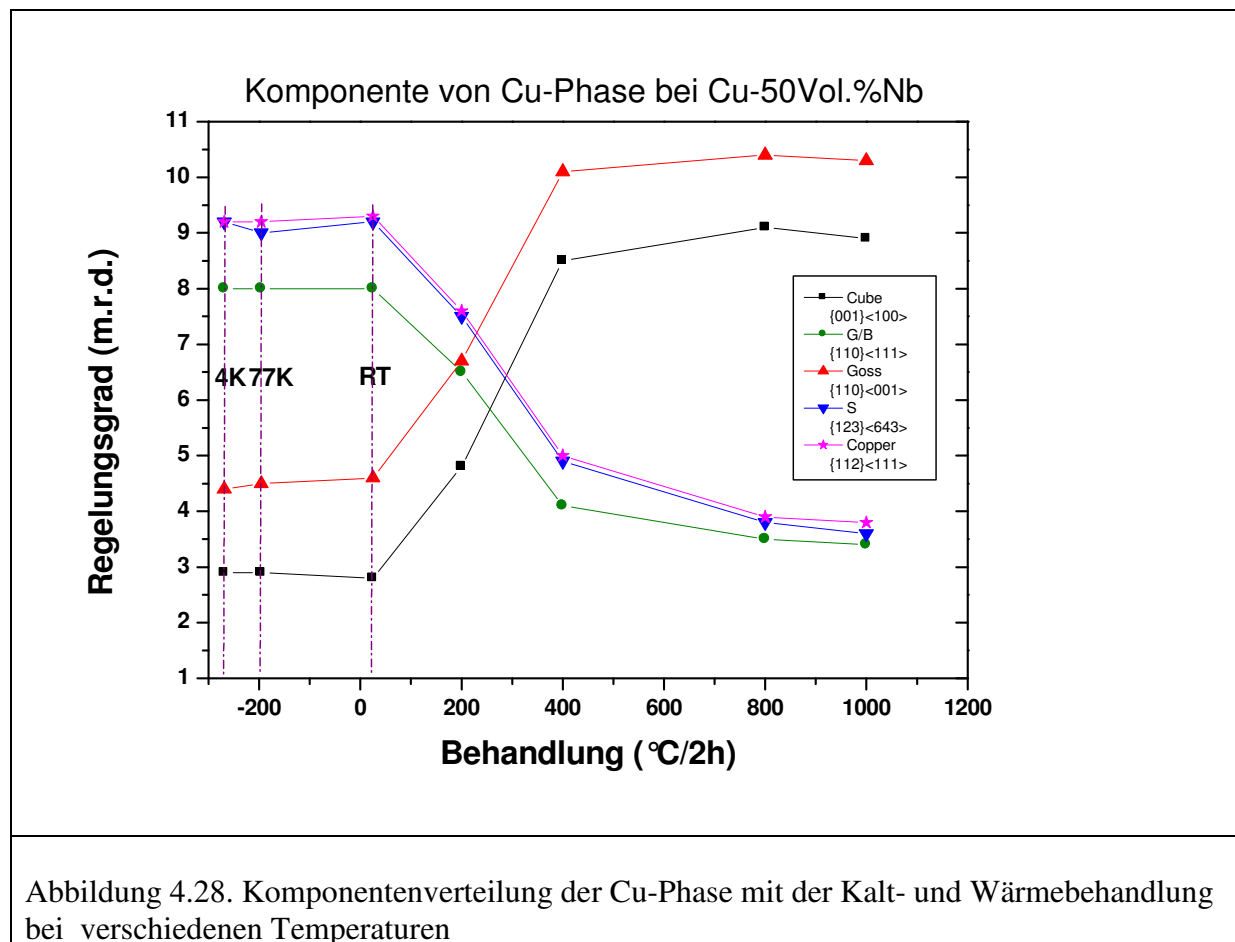
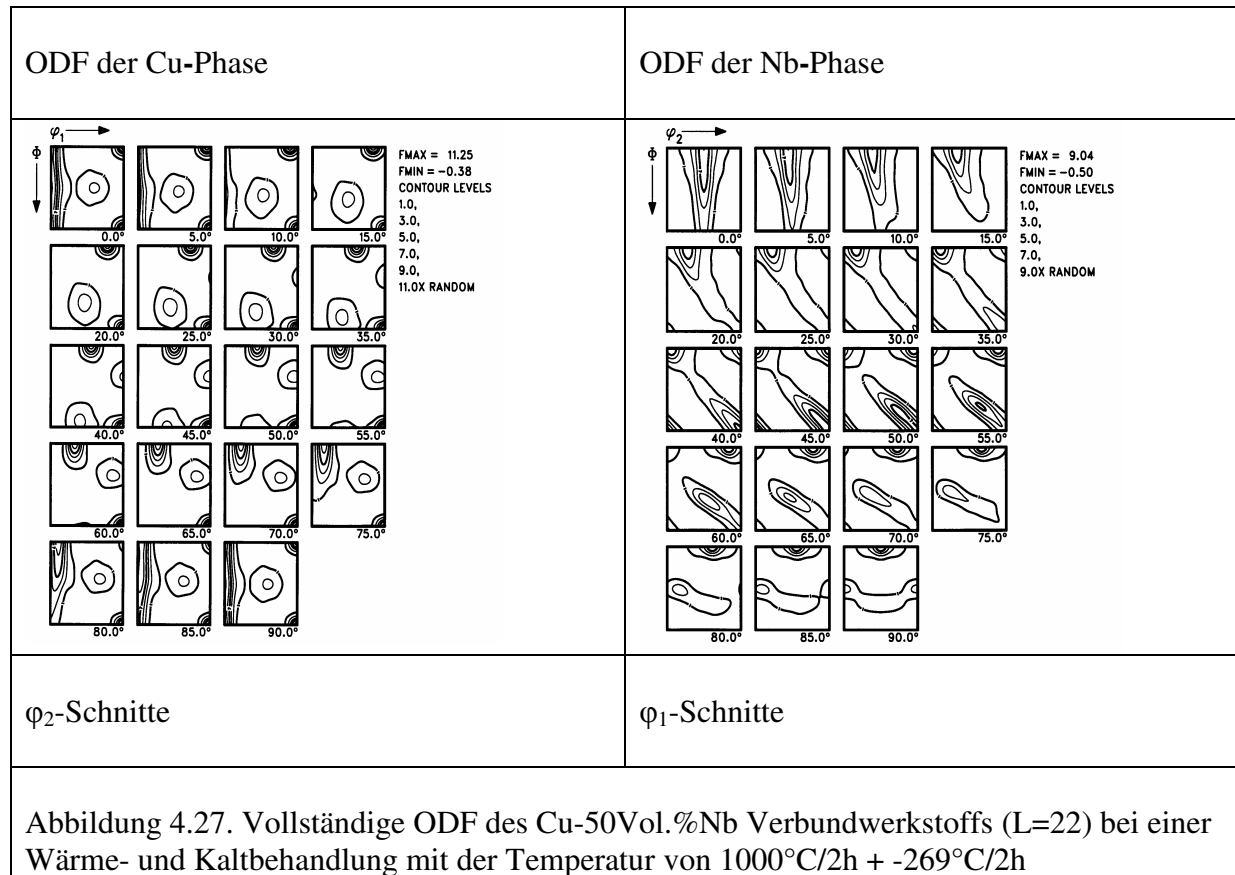












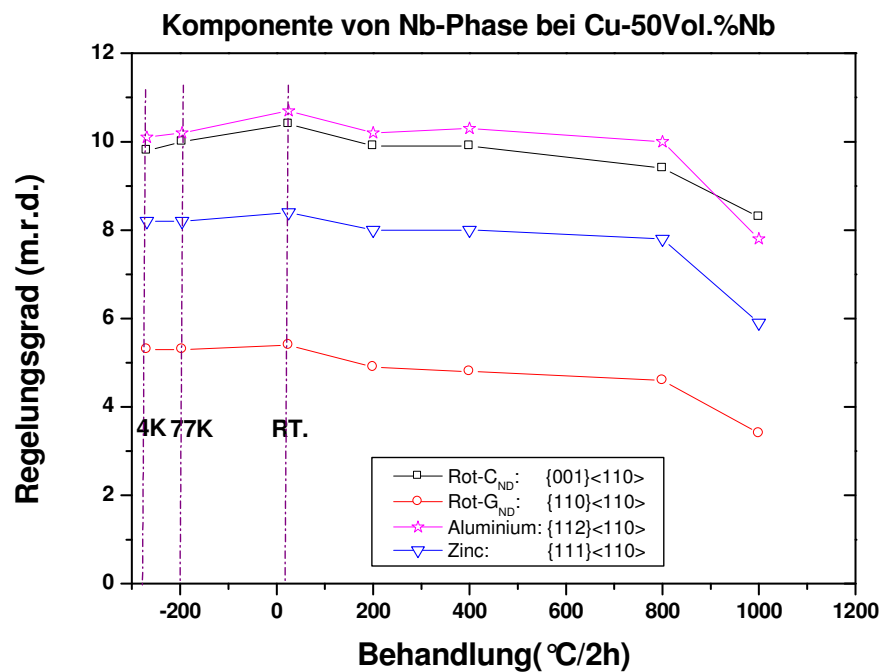


Abbildung 4.29. Komponentenverteilung der Nb-Phase mit der Kalt- und Wärmebehandlung bei verschiedenen Temperaturen

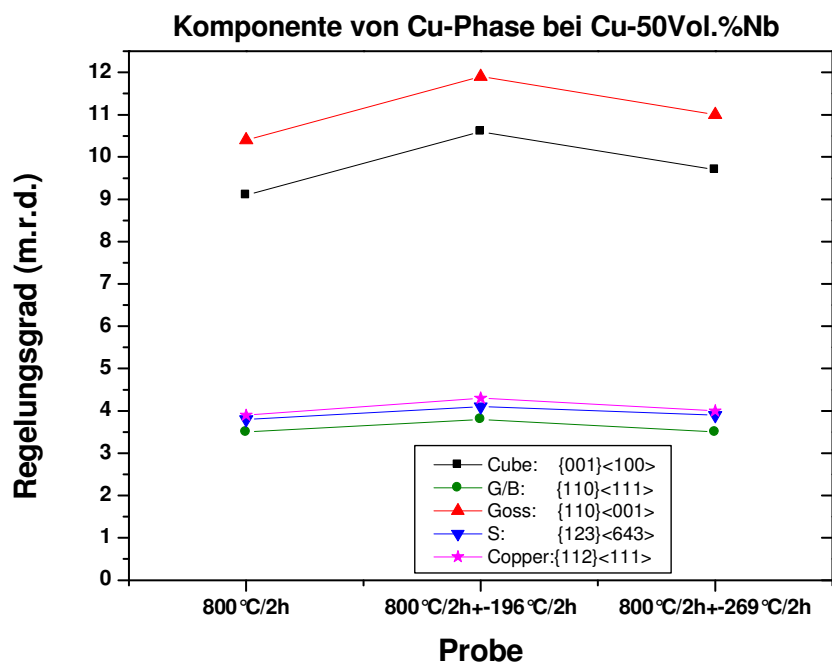


Abbildung 4.30. Komponentenverteilung der Cu-Phase bei 800°C

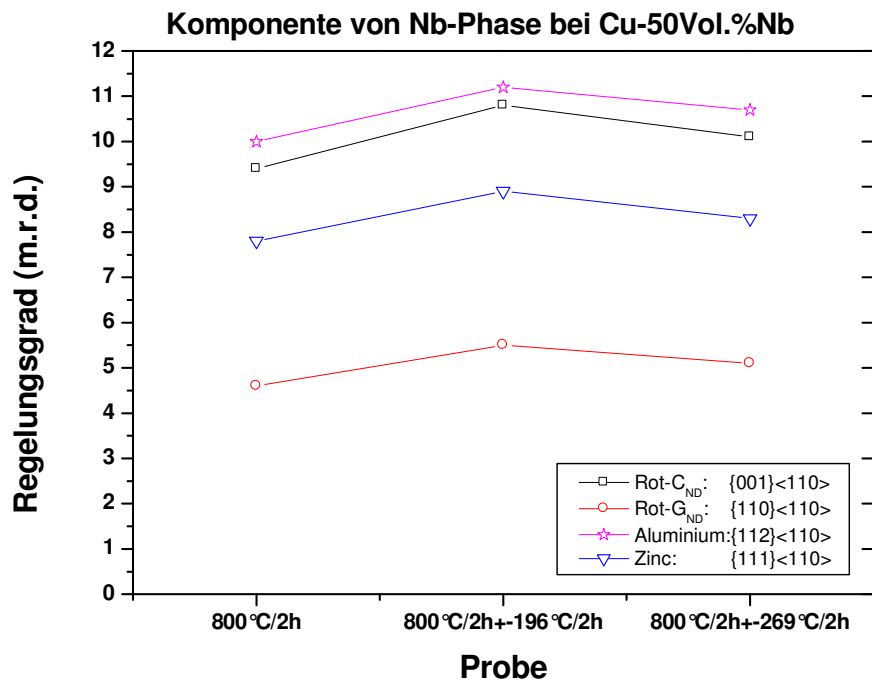


Abbildung 4.31. Komponentenverteilung der Nb-Phase bei 800°C

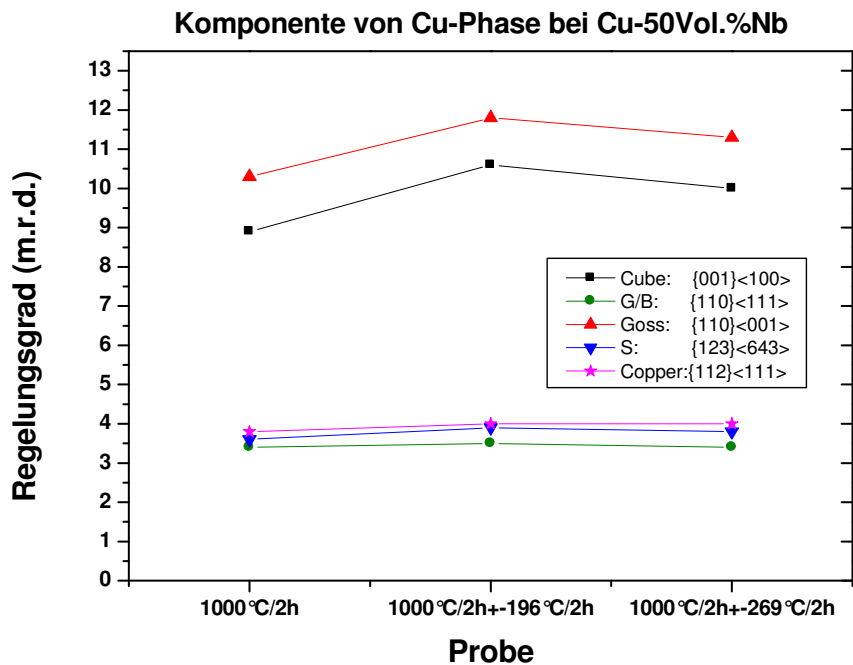


Abbildung 4.32. Komponenteverteilung der Cu-Phase bei 1000°C

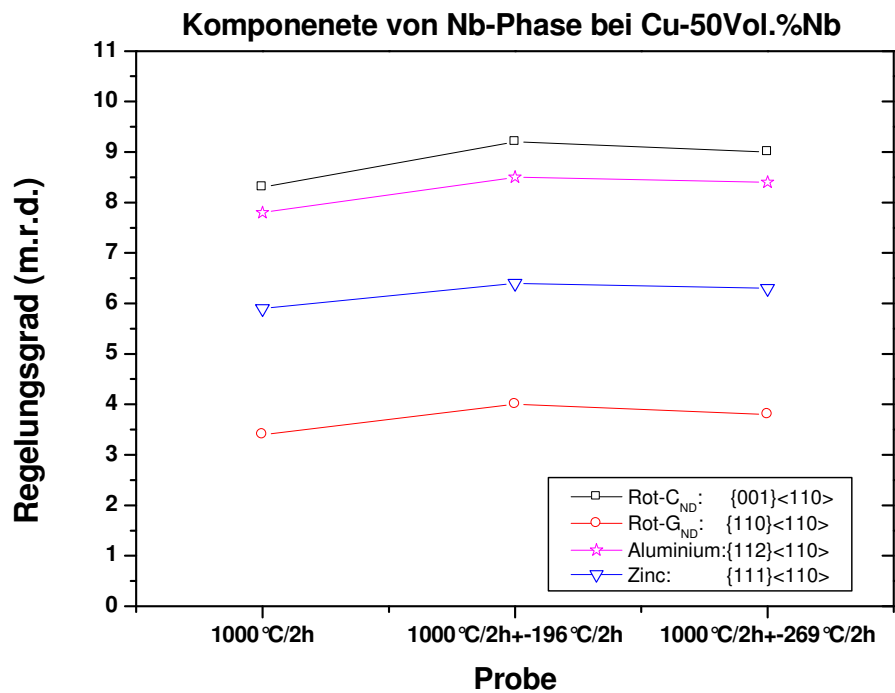


Abbildung 4.33. Komponentenverteilung der Nb-Phase bei 1000°C

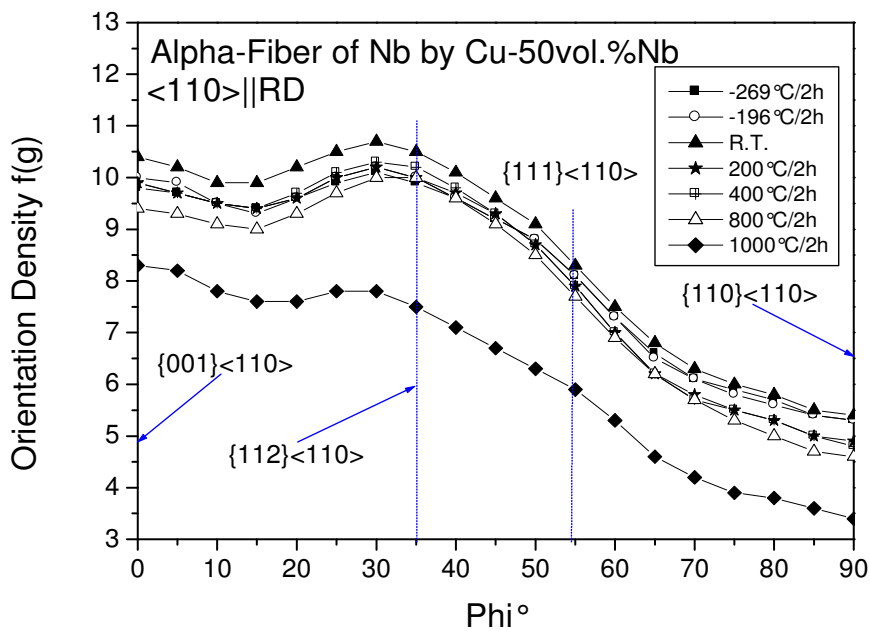


Abbildung 4.34. Alpha-Faser der Nb-Phase mit der Kalt- und Wärmebehandlung bei verschiedenen Temperaturen

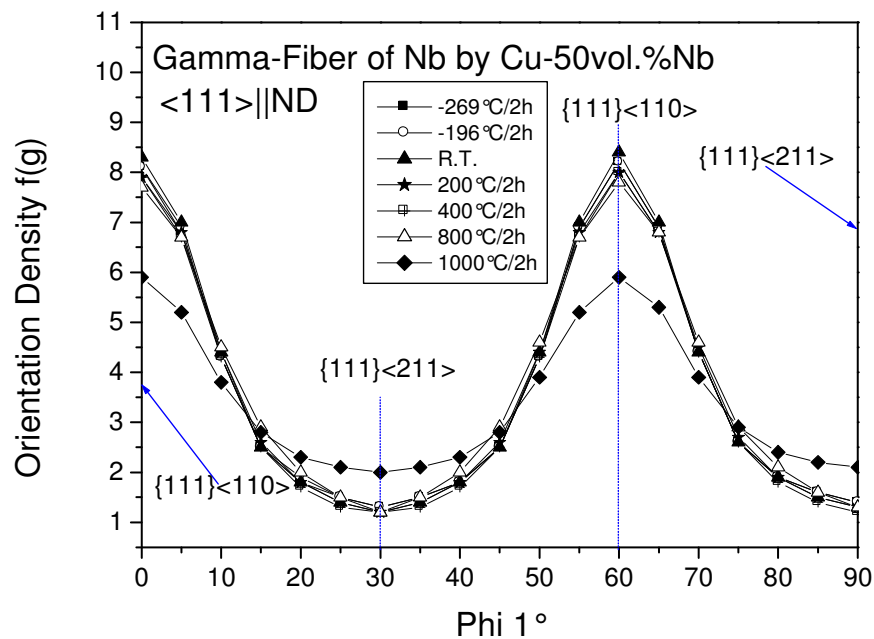


Abbildung 4.35. Gamma- Faser der Nb-Phase mit der Kalt- und Wärmebehandlung bei verschiedenen Temperaturen

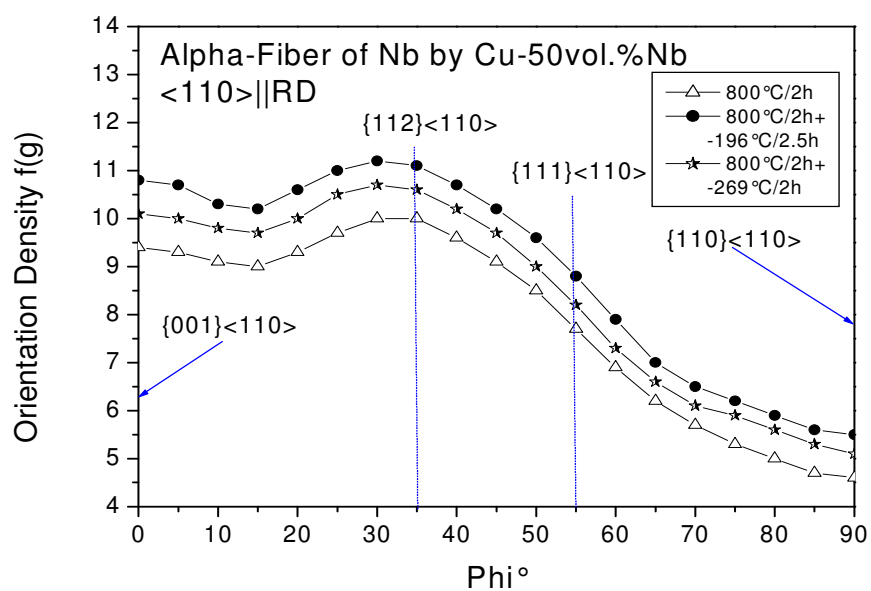


Abbildung 4.36. Alpha-Faser der Nb-Phase bei 800°C

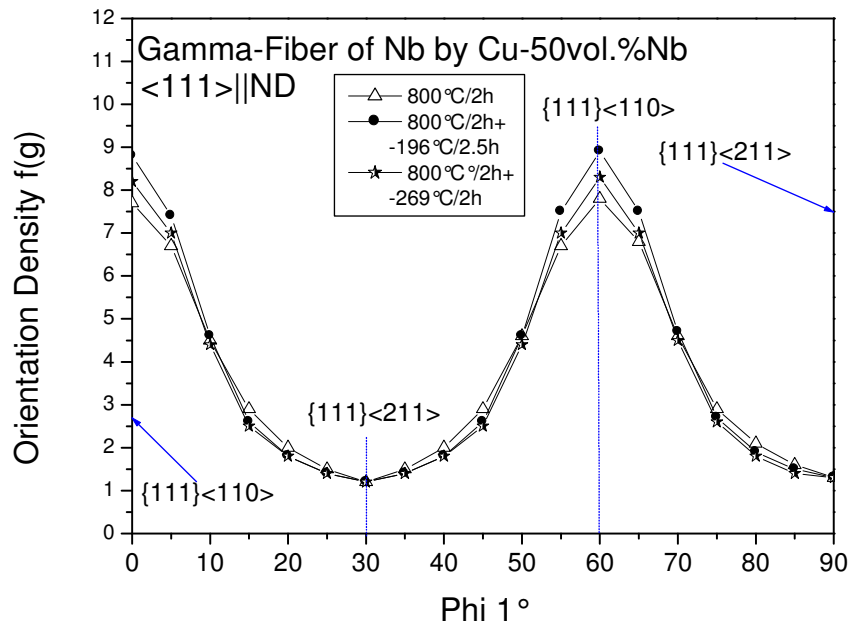


Abbildung 4.37. Gamma- Faser der Nb-Phase bei 800°C

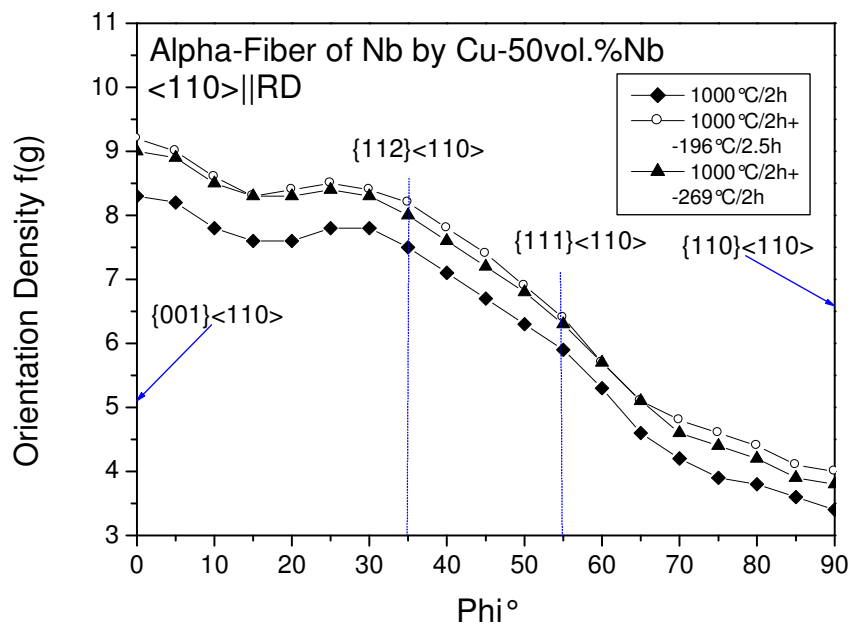


Abbildung 4.38. Alpha-Faser der Nb-Phase bei 1000°C

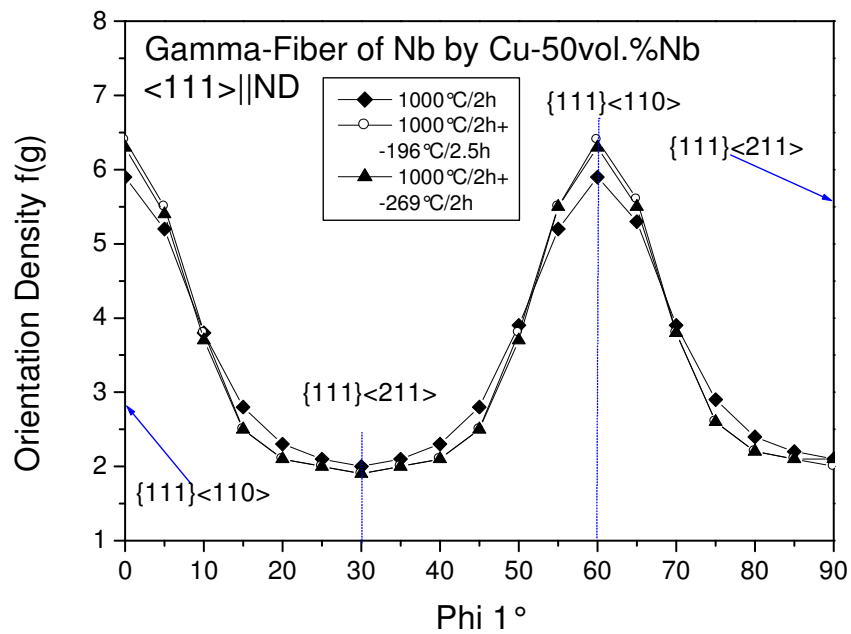


Abbildung 4.39. Gamma- Faser der Nb-Phase bei 1000°C

5. Eigenspannungsuntersuchungen

Die häufig herstellungsbedingten Eigenspannungen haben einen großen Einfluss sowohl auf die physikalischen Eigenschaften als auch auf die mechanischen Eigenschaften von Werkstoffen. Deshalb kommen die Eigenspannungsermittlungen sowie die Eigenspannungsbewertungen gegebenenfalls eine entscheidende Bedeutung zu. Zur Ermittlung der Eigenspannung kommt bei der vorliegenden Arbeit das Beugungsverfahren mit Neutronenstrahlen am Messplatz FSS (Fourier – Spannungs- – Spektrometers) im GKSS-Forschungszentrum zum Einsatz.

5.1. Grundlagen

5.1.1. Spannung und Dehnung im Kristall

Im Allgemeinen verursachen Beanspruchungen von kristallinen Materialien Änderungen der Netzebenenabstände. Der Spannungszustand wird hierbei durch die Gleichung des Spannungsellipsoids (Gl.5.1) dargestellt [5.1, 5.2, 5.3].

$$\frac{X^2}{\sigma_1^2} + \frac{Y^2}{\sigma_2^2} + \frac{Z^2}{\sigma_3^2} = 1 \quad (\text{Gl.5.1})$$

Hier sind σ_1 , σ_2 und σ_3 die Hauptspannungen, in deren Flächen ohne Scherspannungen erscheinen; X, Y und Z sind die Normalkoordinaten. Die Spannung (σ_n) eines beliebigen Punktes auf die Oberflächen dieses Ellipsoids kann folgendermaßen beschrieben werden.

$$\sigma_n = \sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2 + \sigma_3 \alpha_3^2 \quad (\text{Gl.5.2})$$

Hierbei sind α_1 , α_2 und α_3 die Richtungskosinusse von σ_n gegen die X-, Y- und Z-Koordinaten. In ähnlicher Fassung wird die Dehnung (ε_n) in einer beliebigen Richtung bei dem Dehnungsellipsoid beschrieben:

$$\varepsilon_n = \varepsilon_1 \alpha_1^2 + \varepsilon_2 \alpha_2^2 + \varepsilon_3 \alpha_3^2 \quad (\text{Gl.5.3})$$

ε_1 , ε_2 und ε_3 sind die Hauptdehnungen. Für die Oberfläche ist die dritte Hauptspannung (z.B. $\sigma_3 = 0$). Mit dem Azimut φ gegen die X-Achse und der Neigung ψ gegen die Oberflächennormal (Z-Achse), unter Berücksichtigung der Änderungen der Netzebenenabstände des kristallinen Materials, wird die Gleichung (Gl.5.3) annähernd ersetzt durch [5.3]:

$$\varepsilon_{\varphi, \psi} = \varepsilon_1 \alpha_1^2 + \varepsilon_2 \alpha_2^2 + \varepsilon_3 \alpha_3^2 \quad (\text{Gl.5.4})$$

$$\varepsilon_{\varphi, \psi} = \frac{d_{\varphi, \psi} - d_0}{d_0} \quad (\text{Gl.5.5})$$

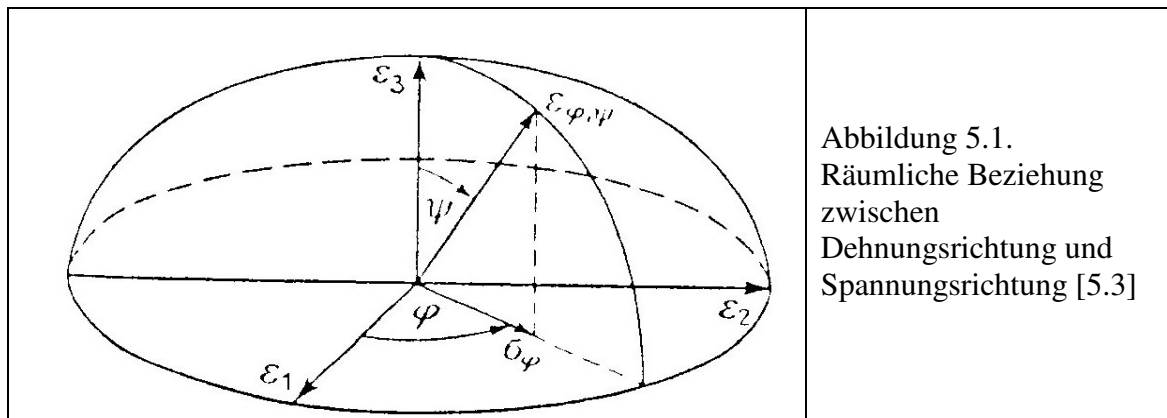
$d_{\varphi,\psi}$ und d_0 entsprechen separat den Netzebenenabständen senkrecht zur der Oberfläche der Probe. Mit d_0 wird der spannungsfreie Netzebenenabstand bezeichnet. Hier kann man die Richtungskosinus herleiten:

$$\alpha_1 = \sin\psi \cos\varphi$$

$$\alpha_2 = \sin\psi \sin\varphi \quad (\text{Gl.5.6})$$

$$\alpha_3 = \cos\psi = (1 - \sin^2\psi)^{1/2}$$

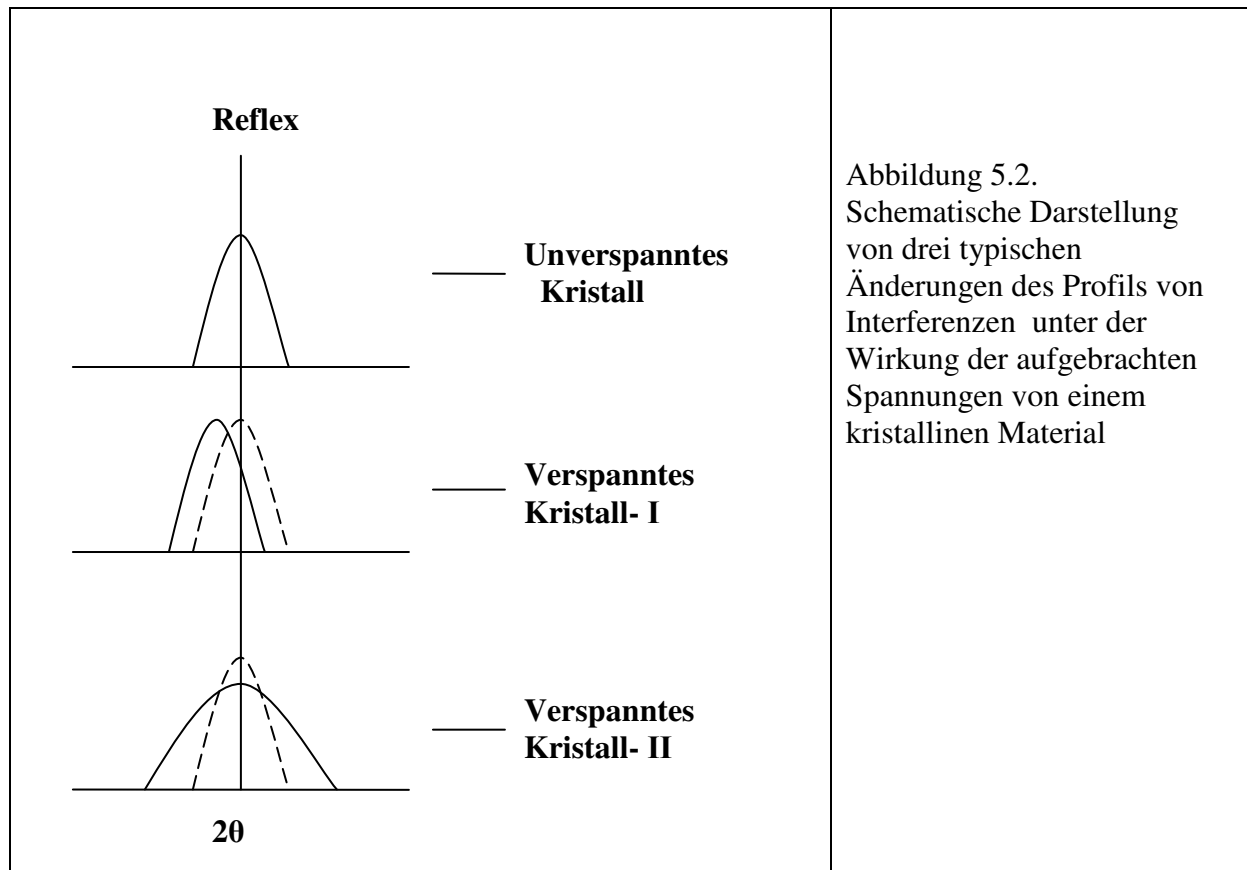
Die Abbildung 5.1 die graphische Darstellung der obigen Beziehung. Diesen Funktionen gelten nur für die Darstellung des linearen Spannungszustandes des Materials. Bei der Verformung eines Vielkristalles oder Verbundwerkstoffs können die Verteilungen und die Größen der Spannungen und Dehnungen charakterisiert werden. Hierzu werden die idealisierten Modellarten „Voigt-, Reuss- oder Hill-Ansatz“ [5.2, 5.4] verwendet.



5.1.2. Bestimmung der Spannung und Dehnung in kristallinen Materialien

Neben dem gewöhnlichen Verfahren der Spannungs- oder Dehnungsmessung wird gleichfalls die Beugungsmethode verwendet. Diese steht bei den hier präsentierten Untersuchungen im Vordergrund [5.2, 5.5].

Zur Erklärung des Messprinzips der Beugungsmethode wird die Abbildung 5.2 benutzt. Die Eigenspannungen (I.Art und II.Art) rufen die Verschiebungen der Interferenzlinien (Verspanntes Kristall-I) hervor [5.2, 5.6]. Die Verbreiterung von den Interferenzlinien (Verspanntes Kristall-II) [5.1, 5.3, 5.7] wird bei den Eigenspannungen III. Art bewirkt. Durch die Kombinationen von Gl.5.4, Gl.5.5 und der Braggschen Gleichung können die Eigenspannungen (I. Art und II. Art) anhand der Beugungsmethode bestimmt werden [5.1, 5.2, 5.7, 5.8].



5.1.3. Diffraktometertypen bei Neutronenmessungen für die Spannungsanalytik [5.8]

Neutronen besitzen die Fähigkeit in die meisten Werkstoffe mit einer großen Eindringtiefe einzudringen. Hierbei besitzen die Neutronen eine Ladungsneutralität und eine sehr kleine Absorption, die nicht durch Ladungen und elektrische Felder der Atome, Ionen bzw. Molekülen beeinflusst werden kann. Somit besitzen Neutronen einen wesentlichen Vorteil gegenüber Röntgenstrahlen und Elektronen. Neutronenstrahlen werden aus diesem Grund für globale Messungen und für lokale Messungen im inneren von Proben verwandt [5.9].

Nach dem Welle-Teilchen-Dualismus der Materie werden die Wellenlängen von Neutronen, die von den Kernreaktoren erzeugt werden, wie folgend bestimmt [5.2]:

$$\lambda_m = \frac{h^2}{(3mkT_m)^{\frac{1}{2}}} \quad (\text{Gl.5.7})$$

Folgende Parameter werden verwandt: λ_m ist die Wellenlänge der Neutronen; h ist das Plancksche Wirkungsquantum; m ist die Bewegungsmasse des Neutrons; k ist die Boltzmann - Konstante; T_m ist die Temperatur des Moderators des Kernreaktors. Der Reaktor erzeugt weiße Neutronenstrahlen. So können drei verschiedenen Diffraktometertypen (Crystal Diffractometer, Time-of-Flight, and Reverse-Time-of-Flight) eingesetzt werden [5.8, 5.10]. In der Abbildung 5.3 werden die wesentlichen Unterschiede dabei einfach erklärt.

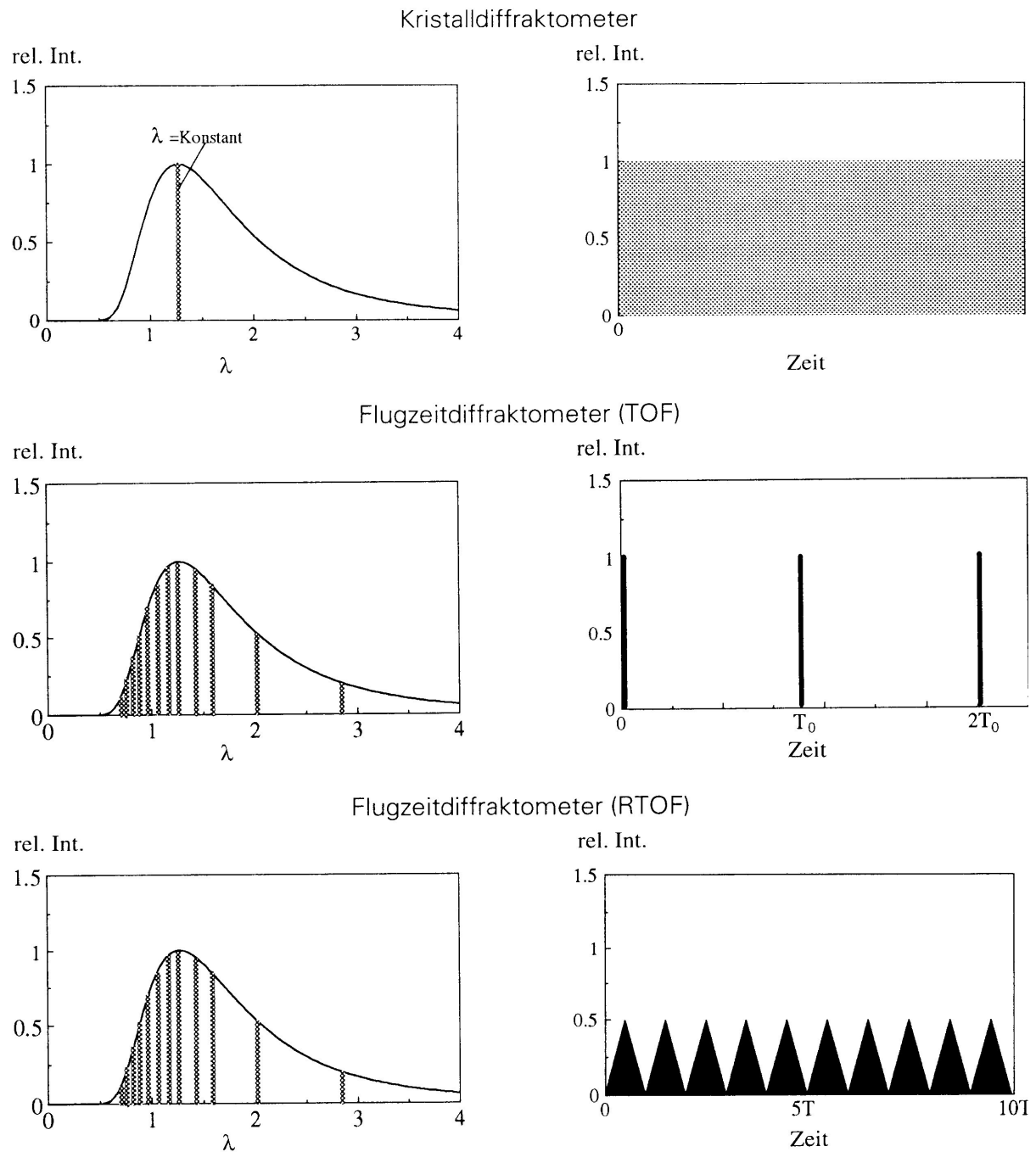


Abbildung 5.3 Drei verschiedene Diffraktometertypen bei Neutronstrahlen [5.8, 5.10]

Beim Kristalldiffraktometer liegen monochromatische Neutronen vor. Hierzu wird eine konstante Wellenlänge (λ) aus dem primären Reaktorspektrum mit Hilfe eines Monochromators ausgeblendet. Der ausgeblendete Bereich beträgt ca.1% des totalen Spektrums. Aber die konstante Wellenlänge (λ) ist immer verfügbar während der Messzeit zu 100% [5.11, 5.12, 5.13]. In der Bragg'schen Gleichung, die Grundlage der Beugungsuntersuchungen, ist der Beugungswinkel der freie Parameter der gemessen wird.

Bei herkömmlichen Flugzeitdiffraktometer (TOF: Time-of-Flight) werden die Neutronen des gesamten Spektrums aus dem Reaktor eingesetzt. Es ist wichtig, dass je nach Probenmaterial, nur der streufähigen Wellenlängenbereich (λ) zum Spektrum beitragen [5.8, 5.10]. Bei der Flugzeitmethode wird das Beugungsspektrum über einen Detektor mit festem Beugungswinkel erhalten, die Variable ist die Wellenlänge (Flugzeit der Neutronen).

Im Vergleich zum Flugzeitdiffraktometer TOF (Time-of-Flight) beträgt die maximale Neutronenintensität 50% des Flugzeitdiffraktometers RTOF (Reverse-Time-of-Flight). Gleichzeitig gibt es die zeitliche Verfügbarkeit der Neutronen während der gesamten Messung. Das bewirkt, dass insgesamt 25% aller streufähigen Neutronen genutzt werden können. Das bedeutet, dass mit dem RTOF-Diffraktometer die Messzeiten verkürzt und die Effektivität für die Messung erhöht werden können [5.8]. Mit beiden Methoden, der TOF- bzw. der RTOF – Methode, wird ein vollständiges Diffraktogramm erhalten, während das Kristalldiffraktometer nur einen Reflex liefert.

5.2. Messverfahren und Datenverarbeitung

5.2.1 Messverfahren

5.2.1.1. RTOF – Methode

Die ausführliche Darstellung des Arbeitsprinzips der Reverse-Time-Flight-Methode (RTOF-Methode) findet sich in den folgenden Abhandlungen [5.14, 5.15]. Die kurze Erläuterung der speziellen Grundlagen über das FSS liegt in den folgenden Arbeiten vor [5.8, 5.10, 5.16, 5.17].

Bei den TOF oder RTOF – Methoden lässt sich das Prinzip ausnutzen, dass von der Strahlenquelle fliegenden Neutronen mit unterschiedlichen Energien für die gleiche Strecke (L) unterschiedlichen Zeiten (t) brauchen. Der Flugweg (L) (z.B. die Entfernung von Chopper-Probe-Detektor) kann sehr genau mit relativ einfachen Methoden gemessen werden. Nach der De Broglie-Gleichung wird die Beziehung von Neutronen mit der Masse (m), dem Impuls (p) und einer Wellenlänge (λ) beschrieben als [5.7, 5.16].

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{mv} \quad (\text{Gl.5.8})$$

Hierbei ist v die Neutronengeschwindigkeit. Unter Berücksichtigung der Flugzeit (t), der Wellenlänge (λ) und der Flugstrecke (L) entsteht eine sehr wichtige Gleichung aus Gl.5.8:

$$t = \frac{L}{v} = \frac{mL\lambda}{h} \quad (\text{Gl.5.9})$$

Im Prinzip kann dabei der Reflexabstand (d^{hkl}), neben der Braggschen Gleichung, zur Beschreibung eines Tim-of-flight Diffraktometers (TOF) verwandt werden.

$$d^{hkl} = \frac{h}{m} * \frac{1}{L} * \frac{t^{hkl}}{2 \sin \theta} \quad (\text{Gl.5.10})$$

Mit den Gleichung 5.8 und 5.9 ergibt sich die Energie(E) von Neutron [5.16].

$$E = \frac{1}{2}mv^2 = \frac{1}{2}m \frac{L^2}{t^2} = \frac{h^2}{2m\lambda^2} \quad (\text{Gl.5.11})$$

Die Beziehungen von Energie, Flugzeit und Wellenlänge werden ausführlich durch Gl.5.11 beschrieben. Das bedeutet, dass die Wellenlänge (λ) durch die Flugzeit (t) ersetzt werden. Der nutzbare Wellenlängenbereich am FSS in Geesthacht liegt bei 1 bis 4 Å [5.16].

Bei der RTOF-Methode wird die Intensität der weißen Neutronenstrahlen durch einen so genannt Chopper (Fourier-Chopper) in kurze Blitze mit einer Frequenz (ω) moduliert. Die Frequenz (ω) ist periodisch durch die Drehzahl des Choppers mit der Modulationsfunktion $X^{(\omega)}(t)$ gegeben. Das heißt, dass die Frequenz (ω) kontinuierlich von Null bis zu einem Maximalwert (Ω) verändert wird. Dazu wird die Verteilung der Modulationsfrequenz(ω) durch das Frequenzfenster $g(\omega)$ mit der Normierung dargestellt.

$$\int_0^{\Omega} g(\omega) d\omega = 1 \quad (\text{Gl.5.12})$$

Gleichzeitig mit der Modulation des Neutronenstrahls wird ein Hilfssignal $Y^{(\omega)}(t)$ durch einen Signalgeber von dem Fourier-Chopper erzeugt. Das Hilfssignal $Y^{(\omega)}(t)$ besitzt die gleiche Frequenz (ω) wie die Modulationsfunktion $X^{(\omega)}(t)$. Beide werden mittels einer Fourierreihe dargestellt [5.8].

$$X^{(\omega)}(t) = \sum_{r=-\infty}^{\infty} p_r e^{ir\omega t} \quad (\text{Gl.5.13})$$

und

$$Y^{(\omega)}(t) = \sum_{r=-\infty}^{\infty} q_r e^{ir\omega t}. \quad (\text{Gl.5.14})$$

Durch Modulation wird das Gesamtspektrum der Neutronen, das als Fourierintegral am Fourier – Spektrometer betrachtet wird, auf das Flugzeitspektrum umgestellt. Die Flugzeit, bei der das Flugzeitspektrum nach den Energien von den gestreuten Neutronen geordnet ist, entspricht dem reflektierten Winkel von Kristalliten und im RTOF-Analysator (Vielkanal-Analysator) gespeichert. Durch die Kanalbreite des Analysators wird die gesamte Messzeit der Probe für verschiedenes Material beschrieben. Durch dieses Verfahren kann das experimentelle Flugzeitspektrum der Beugung gewonnen werden.

5.2.1.2. Aufbau des FSS – Spektrometers

Die Abbildung 5.4. zeigt den schematischen Aufbau des FSS - Spektrometers in der Versuchshalle des Forschungsreaktors FRG -1 des GKSS-Forschungszentrums. Entsprechend werden die charakteristischen Daten in Tabelle 5.1 angegeben.

Tabelle 5.1 Charakteristischen Daten des FSS – Spektrometers [5.8]

1	Neutronenfluss am Probenort (Φ_s)	
2	Maximales Messvolumen ($V_s = a_s \times b_s \times c_s$)	$2,125 \text{ cm}^3 = 0,5 \times 0,5 \times 8,5 \text{ cm}^3$
3	Öffnungswinkel des Detektors (Ω_D)	11,4 mstrad
4	Ansprechwahrscheinlichkeit des Detektors(f)	1,0
5	Streuintensität($\Phi_s \times V_s \times \Omega_D \times f$)	$7,27 \times 10^4$
6	Arbeitsbereiche (λ), (D_{hkl}), (I K l).	1 - 4 Å, 0,71 – 2,83 Å, 2,22 – 8,89 Å.
7	Auflösung($N_\Omega = 2000 \text{ U/min}$) bei $D = 1,17 \text{ Å}$, bei $D = 2,5 \text{ Å}$.	0,38%, 0,26%.
8	Streuwinkel (2θ)	90°
9	$L \sin \theta$ – Parameter(L-Länge der Leiter)	16129,3 mm
10	Detektortyp	^6Li - Szintillationsglas

Die vier Grundelementen werden in der Abbildung 5.4 dargestellt [5.8, 5.19]:

- (1) **Der Furier – Chopper**, der aus dem Rotor , dem Stator und dem Motor mit integrierter Optischer Gebereinheit besteht;
- (2) **Das Neutronenleiterrohr**, das mit einem Krümmungsradius versehen ist und aus zwei parallel im Abstand von 15 mm angeordneten Spiegeln besteht. Hierbei sind die Spiegel mit Nickel bedampft. Dazu wird das Neutronenleiterrohr als Filter der Neutronenstrahl benutzt. Dadurch die Neutronenstrahlen werden mehrfach reflektiert. So der Untergrund kann stark reduziert werden;
- (3) **Der Probentisch**, bei dem mit den Blenden die Größe und Position von dem Messvolumen bestimmt werden kann, kann die mechanische Stabilität im Lauf der Messungen garantieren;
- (4) **Das Detektorsystem** ist beim FSS – Spektrometer charakterisiert. Der Detektor besteht aus 16 Einzelementen, bei der jedes aus einem ^6Li – Szintillationsglas (NE-912) und einem Photomultiplier (R1513, Hamamatsu Photonocs) besteht. Dadurch ist die gemessene Intensität der Neutronen in einer Zeitfokussierenden Anordnung mit der Zeitfokussierungsgeometrie des Detektors erhöht;
- (5) **Die Elektronik**, mit der das Messungssystem betrieben wird

Die wichtigen technischen Daten sind dafür in Tabelle 5. 2 zusammengefasst.

Tabelle 5.2. Die technischen Daten des FSS–Spektrometers [5.8, 5.19]

1	Fourier – Chopper	
	Material des Rotors und des Stators	AlMgSi F30
	Durchmesser des Rotors	570 mm
	Anzahl der absorbierenden Gd - Streifen	1024
	Streifengröße	0,25×0,75×35,0 mm ³
	Mittlerer Rotordurchmesser der Gd - Streifen	505,0 mm
	Abstand zwischen den Gd - Streifen	0,75 mm
	Optimiertes N_{Ω} (U/min)	1964
2	Neutronenleitrohr	
	Länge	19,75 m
	rechteckiger Querschnitt	15×108 mm ²
	Krümmungsradius	3000 m
	bedampftes Material	natürliches Nickel
	charakteristische Wellenlänge	1,83 Å
	Länge der direkten Sicht	18,97 m
	Neutronenfluss am Ende Neutronenleiters Ohne Chopper, Mit Chopper.	2,0×10 ⁷ n/cm ² s, 3,0×10 ⁶ n/cm ² s.

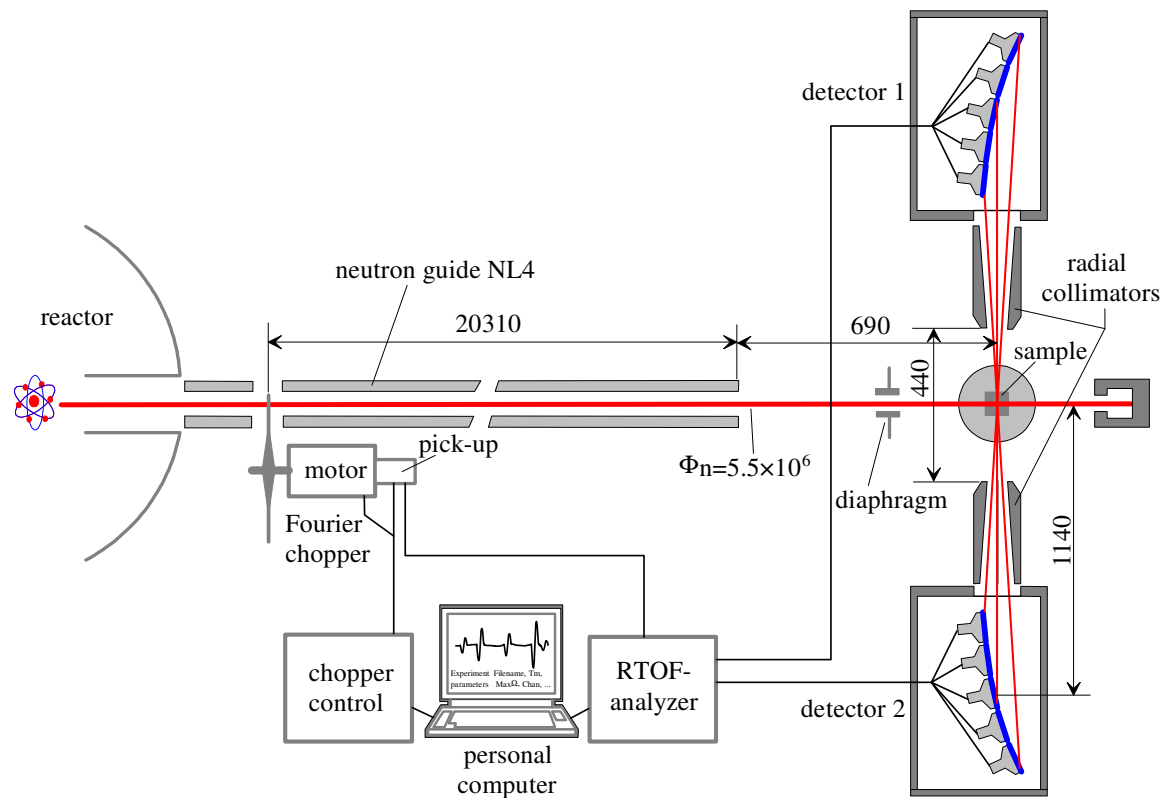


Abbildung 5.4. Schematischer Aufbau des FSS im GKSS-Forschungszentrum [5.18]

5.2.2. Eigenspannungsmessungen am FSS– Spektrometer

Tabelle 5.3. Parameter der Messungen zur Bestimmung der Eigenspannung am FSS

Abstand von Probe-Leiterrohr	65 cm
Nummer der Zeitablenkung	30
Laufzeit der Zeitablenkung	60 min
Kanalbreite(Π)	4 μ sec
Zeitverzögerung (Kanälen)	1760
Messzeit	710 Monitor Counts

Um das Ergebnis über die drei dimensionaligen Eigenspannungen zu erhalten, werden zwei Varianten der Position für die untersuchenden Proben der Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe gewählt. Die Proben der geometrischen Abmessungen $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$, wurden wie die

Proben zur Texturmessungen hergestellt. In der Abbildung 5.5 werden die gemessene Geometrie und die Beziehung mit der Richtung der Messung gezeigt. Das lokal gemessene Volumen beträgt $2 \times 4 \times 10 \text{ mm}^3$ bei jeder Probe. Die Messung erfolgte in der Mitte der Probe. σ_x , σ_y und σ_z entsprechen separat den Richtungen der Proben: Quer-Richtung (TD), Strangpress-Richtung (RD) und Normalen-Richtung (ND). Das Nb-Pulver wurde als Eichprobe verwandt. Die Parameter der Messungen am FSS werden in Tabelle 5.3 angegeben

5.2.3. Datenverarbeitung

5.2.3.1. Optimierung der Reflexform

Zur Bestimmung der Amplitude, der Lage und der Breite der Reflexe des Neutronenspektrums, werden in der praktischen Anwendung die Reflexformen variiert und optimiert [5.8, 5.20]. Dazu wird die Form der Reflexe bei dem RTOF-Experiment optimiert.

Das gemessene Beugungsspektrum ($S(\tau)$) der Probe wird durch die Faltung der Zeitauflösfunktion ($R_\tau(\tau)$) mit dem primären Probenspektrum ($S_0(\tau)$) beschrieben.

$$S(\tau) = \int_0^\infty S_0(\tau') R(\tau - \tau') d\tau'. \quad (\text{Gl.5.15})$$

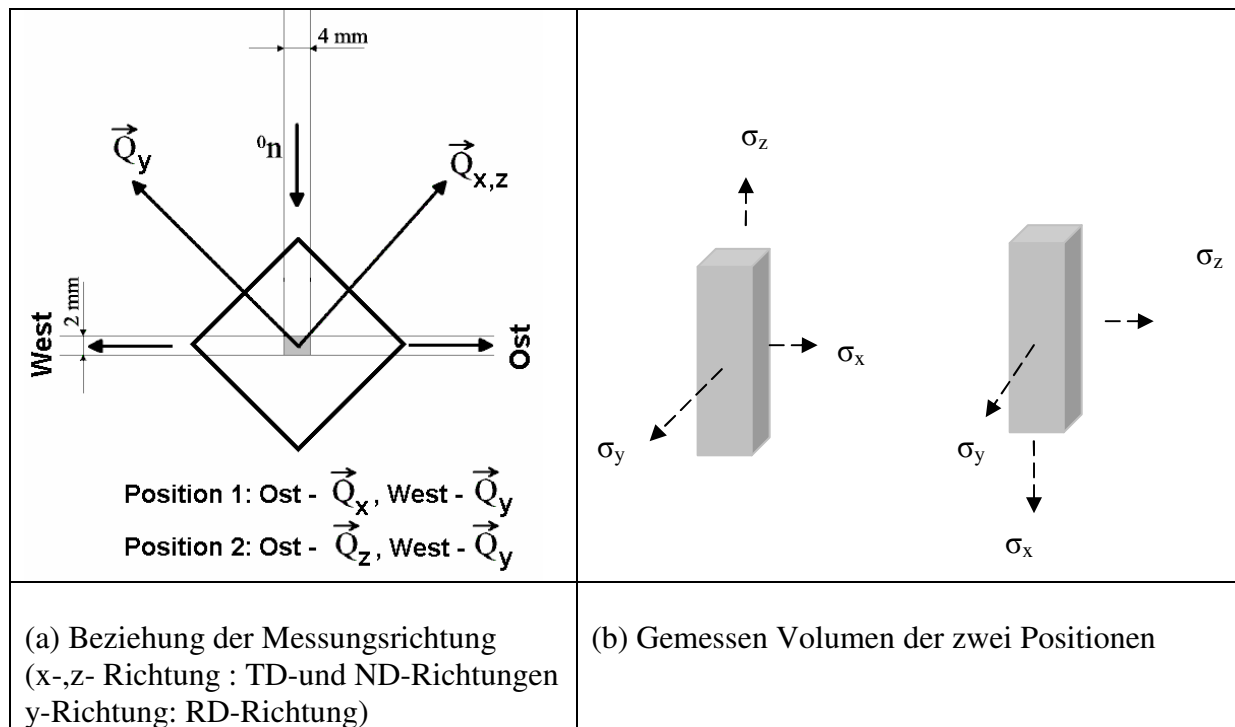


Abbildung 5.5 Schematische Darstellung der gemessenen Geometrie der Probe von Cu -50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

Die Auflösung und die Reflexform wird durch die Gauß – Funktion ($G_0(\tau)$) dargestellt, deren erste ($G_1(\tau)$) und zweite Ableitung ($G_2(\tau)$) dabei beeinflusst werden [5.8, 5.16, 5.17].

$$G_0(\tau) = \frac{1}{(\sqrt{2\pi}) \cdot \sigma} \exp\left[-\frac{\tau^2}{2\sigma^2}\right], \quad (\text{Gl.5.16})$$

$$G_1(\tau) = \frac{\tau}{2\sigma^2} \exp\left[-\frac{\tau^2}{2\sigma^2}\right], \quad (\text{Gl.5.17})$$

$$G_2(\tau) = \frac{1}{(\sqrt{2\pi}) \cdot \sigma} \left[1 - \frac{\tau^2}{\sigma^2}\right] \exp\left[-\frac{\tau^2}{2\sigma^2}\right]. \quad (\text{Gl.5.18})$$

Hierbei ist σ die Standardabweichung der resultierenden relativen Auflösung. Durch die Standardabweichungen für die Zeitauflösung (σ_τ) und für die geometrische Komponente (σ_g) ist σ bestimmt:

$$\sigma = \sqrt{(\sigma_\tau^2 + \sigma_g^2)} \quad (\text{Gl.5.19})$$

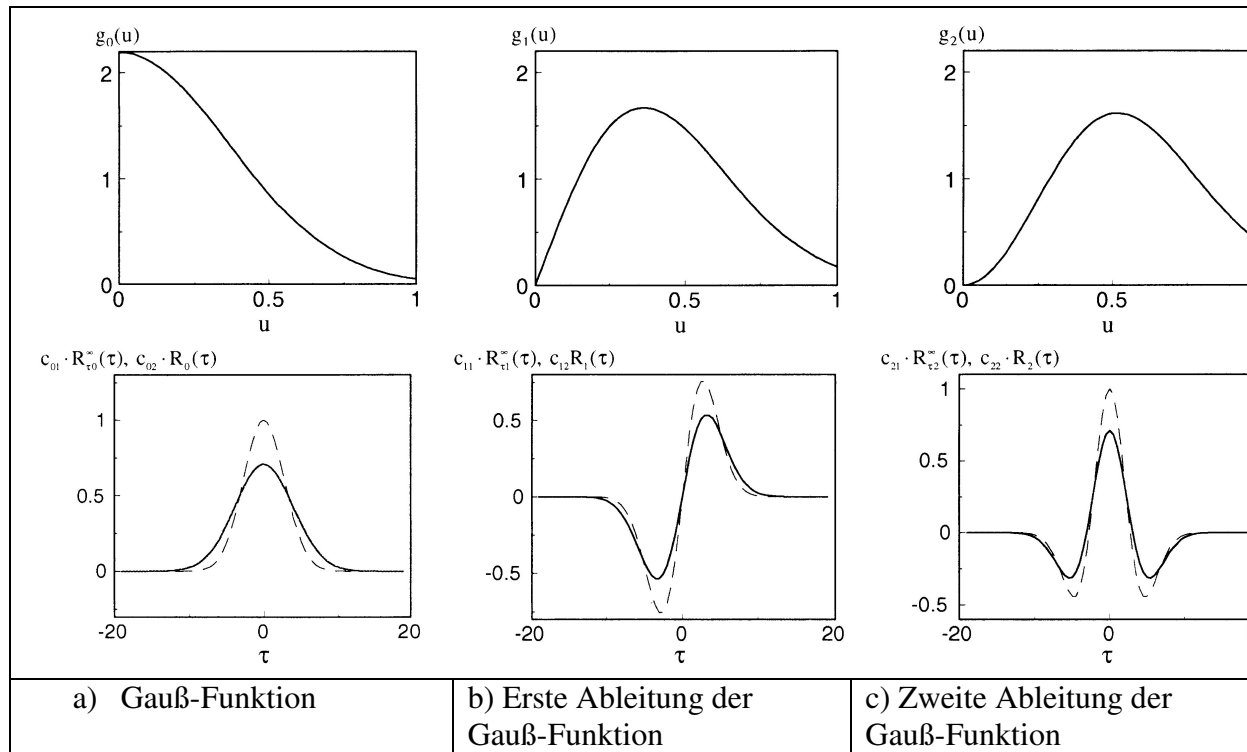


Abbildung 5.6 Beziehungen von der Frequenzfensterfunktion ($g_k(u)$), der Zeitauflösungsfunktion ($R_k^\infty(\tau)$) (gestrichelte Kurven) und der Auflösungsfunktion ($R_k(\tau)$) (durchgezogene Kurven) für das RTOF – Spektrometer mit der die Fouriertransformierten ($k=0,1,2$) [5.8,5.17]

Für die berechneten Spektren wird das Frequenzfenster ($g(\omega)$) neben der zeitlichen Komponente mit der maximalen Modulationsfrequenz (Ω) beschrieben.

$$g(\omega) = \sigma_{\tau}^2 \Omega^2 \omega^* \exp\left(-\frac{\sigma_{\tau}^2 \omega^2 \Omega^2}{2}\right) \quad (\text{Gl.5.20})$$

In Abbildung 5.6 werden entsprechend die obigen Beziehungen dargestellt. Die Abbildung 5.7 zeigt als Beispiel das Ergebnis des Diffraktogramms der Cu-50Vol.%Nb (RT) Probe gemessen am FSS. Es sind sowohl separate Beugungsreflexe, als auch überlagerte Reflexe zur erkennen.

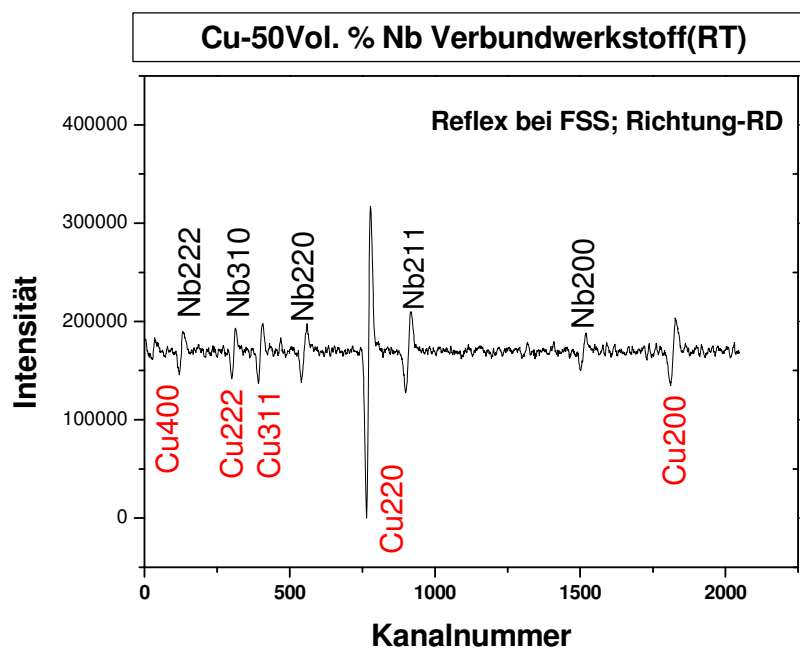
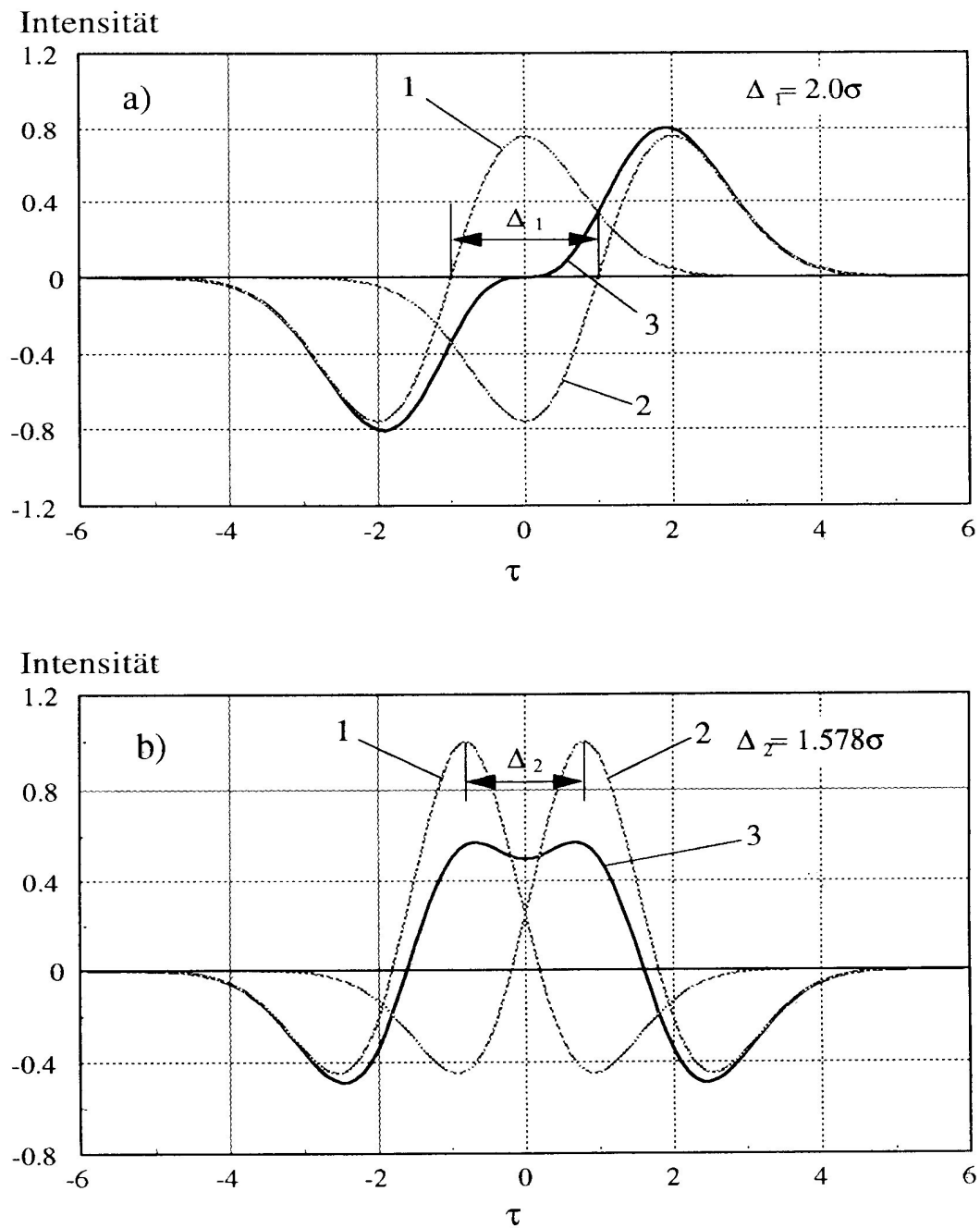


Abbildung 5.7 Gemessenes Spektrum des Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoff (RT-Probe) am FSS

5.2.3.2. Wahl der Auflösung vom Spektrometer am FSS

Durch der Optimierung der $G_1(\tau)$ - und $G_2(\tau)$ - Reflexform sind die Auflösungen der Messung für die Amplitude, die Lage und die Breite der überlappenden Reflexe im Vergleich zum klassischen Fall zu bestimmen. In der Abbildung 5.8 sind die Auflösungen (Δ_1) und (Δ_2) erläutert. Die Abbildung 5.9. zeigt die Auflösung (Δ_0) für die zwei überlappenden Gauß-Reflexe mit der gleichen Halbwertsbreite wie im klassischen Fall. Hierbei wird die Auflösung (Δ_0) gemäß dem Rayleigh Kriterium erreicht. Es ist deutlich, dass die kleinste Auflösung bei den zwei überlagerten $G_2(\tau)$ -Reflexformen, unter Verwendung des g_2 -Frequenzfensters, entsteht. Es ist auch wichtig, dass anhand dieser Methode die überlagerten Reflexe der Messungsspektren mit hoher Genauigkeit getrennt und ausgenutzt werden können. Für diese Arbeit werden $G_1(\tau)$ - Reflexform bzw. die Methode für die bestimmende Positionen der Reflex eingesetzt.

Abbildung 5.8. Auflösungen (Δ_1) und (Δ_2) von $G_1(\tau)$ - und $G_2(\tau)$ - Reflexform [5.8,5.17]

- a) zwei überlagerte $G_1(\tau)$ - Reflexform
- b) zwei überlagerte $G_2(\tau)$ - Reflexform

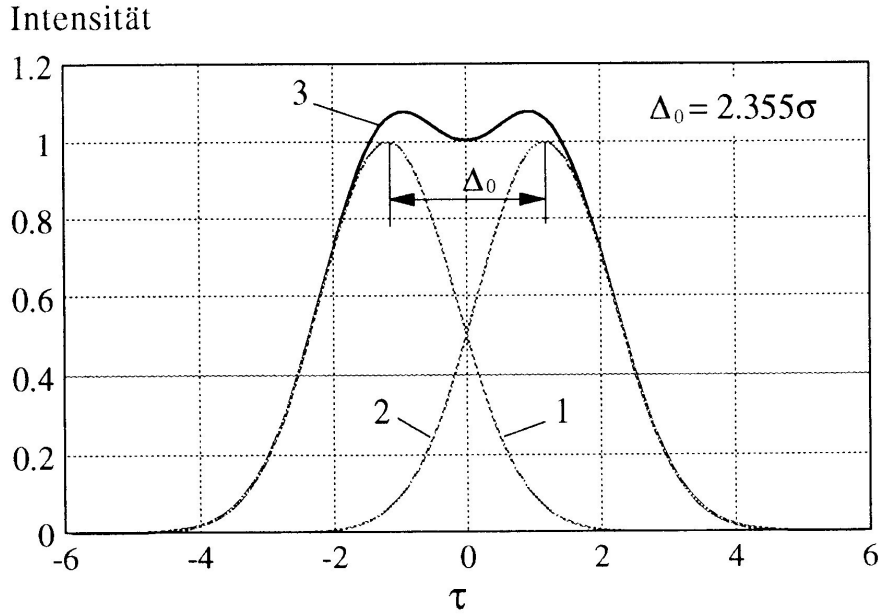


Abbildung 5.8 Auflösung (Δ_0) mit den zwei überlagerten Gauß – Reflexe im klassischen Fall [5.8, 5.17]

5.2.3.3. Fit von FSS –Spektren

Mit dem Programm G1MFit15 [5.21] können aus einem experimentellen Neutronendiffraktogramm am FSS im $G_1(\tau)$ - Mode (Reflexform) die in Tabelle 5.4 zusammengefassten Daten ermittelt werden. Unter Berücksichtigung der Spektren wird die Bedeutung der wichtigen Daten in Abbildung 5.10 dargestellt.

Neben der Kalibrierungsmessung mit einem Standard-Pulver (hierbei Nb-Pulver) können die entsprechenden Netzebenenabstände (d^{hkl}) für West (entsprechend RD-Richtung)- bzw. Ost (entsprechend TD- oder ND-Richtung) -Detektor gemäß den folgenden Gleichungen automatisch mit dem Programm G1MFit15 bestimmt werden.

$$d_o^{hkl} = A_o + B_o(\text{Delay} + X_{\text{pos}}) \quad (\text{Gl.5.21})$$

$$d_w^{hkl} = A_w + B_w(\text{Delay} + X_{\text{pos}}) \quad (\text{Gl.5.22})$$

X_{pos} ist hierbei die Kanalnummer im Spektrum. Delay ist die Verschiebung des Spektrums um eine bestimmte Kanalnummer. A_w , B_w und A_o , B_o sind die Parameter für West- bzw. Ost-Detektor. Bei dieser Arbeit ist Delay 1760. Die gemessenen Abweichungen ($\pm \Delta d^{hkl}$) der Netzebenenabstände können hierbei folgendermaßen beschrieben werden.

$$\pm \Delta d_o^{hkl} = B_o(\pm \Delta X_{\text{pos}})$$

$$\pm \Delta d_w^{hkl} = B_w(\pm \Delta X_{\text{pos}}) \quad (\text{Gl.5.23})$$

In der Tabelle 5.5 werden hierbei die Parametern der Detektoren bei FSS dargestellt.

Tabelle 5.4. Zeichen von den bestimmenden Daten bei dem Programm G1MFit15 [5.21]

Date	Übliche Bezeichnung	Bezeichnung von G1MFit15
Amplitude	A	Amp
Position	Xpos	Xpos
Reflexbreite	$2\sigma_{\text{tot}}$	FWidth
Standardabweichung von Xpos	σ_x	Sx
Auflösungsvermögen	$2\sigma_{\text{fss}}$	2Sigfss
Natürlich Breite	σ_n	Snat
Netzebenenabstand(experimentell.)	Dc	Dc
Standardabweichung von Dc	σ_D	Sd
Netzebenenabstand(Berechnung)	d_{hkl}	Dhkl
Millersche Indizes	hkl	hkl
Abweichung (χ^2)	χ^2	Chi2
Untergrund	U	U
Varianz des Kanalinhalt	σ^2_0	Sig02

Tabelle.5.5 Parameter der Detektoren bei FSS

Detektor	A	B
Detektor1(oder Ost, TD,ND)	0,0002840109	0,0005042159
Detektor2(oder West, RD)	0,0002019973	0,0005055576

Mit den eingegebenen Gitterparametern und unter Berücksichtigung von kubischer, tetragonaler, hexagonaler oder rhomboedrischer Kristallsymmetrie kann durch das Programm G1MFit15 eine Tabelle mit allen Kombinationen der Millerschen Indizes (h,k,l) erstellt werden. Die Indizes liegen im Bereich von 0 bis 10. Sie hängen von der experimentellen Lage Dc und der berechneten Lage d_{hkl} für jeden Reflex ab. Dadurch werden die ausgewählten Situationen von Indexkombination (h,k,l) mit symmetrischen Eigenschaften bestimmt.

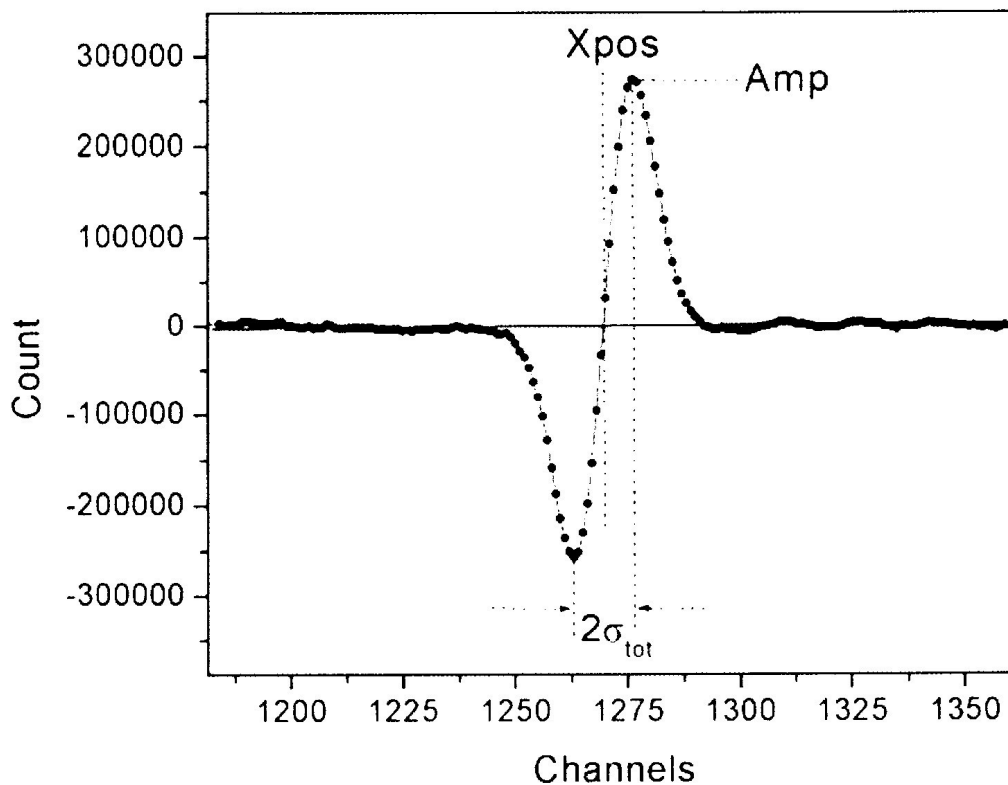


Abbildung 5.10. Darstellung von Position, Breite und Amplitude eines Reflexes [5.21]

In dieser Arbeit werden die Reflexe Cu (200), Cu (220), Cu (311), Cu (222), Cu (400) und Nb (200), Nb (211), Nb (220), Nb (310), Nb (222) gemessen. Auf Grund der Beeinflussung durch die Textur werden nur die Reflexe Cu (200), Cu (311), und Nb (220), Nb (211) zur Berechnung der Eigenspannung eingesetzt (siehe Abbildung 5.7).

5.3. Darstellung der Ergebnisse

5.3.1. Pulverproben

Zur Ermittlung der Eigenspannung mittels Neutronstrahlen sollten die Standardnetzebenenabständen d_0^{hkl} der spannungsfreien Vergleichsprobe bekannt sein. In dieser Arbeit wurden zwei Sorten spannungsarm geglühter Cu- und Nb- Pulver am FSS untersucht, um die gewünschten d_0^{hkl} – Werte zu erhalten.

Mit den Gleichungen Gl.5-21, Gl.5-22 und Gl.5-23 werden hier die Netzebenenabstände von Cu- und Nb-Pulver berechnet. Die Ergebnisse der Berechnung des Gitterparameters sowie der Abweichung sind in Tabelle 5.6. aufgeführt. Diese Ergebnisse werden als Standardwerte zur Berechnung der Eigenspannung bezeichnet.

Tabelle 5.6 Ergebnisse der Messung an Cu- und Nb-Pulverproben bei FSS

	Reflex	d^{hkl}	$\pm \Delta d^{hkl}$	Reflex	d^{hkl}	$\pm \Delta d^{hkl}$
Detektor1 (Osten)	Cu311	1,08744	3,00E-05	Nb220	1,16632	5,00E-05
	Cu200	1,80331	1,30E-04	Nb211	1,34667	2,00E-05
Detektor2 (Westen)	Cu311	1,08743	3,00E-05	Nb220	1,16632	5,00E-05
	Cu200	1,80330	1,30E-04	Nb211	1,34664	2,00E-05

5.3.2. Bestimmung der Dehnungen

In Abbildung 5.5. wird gezeigt, dass mit zwei Messungen die Dehnungen in drei Richtungen (RD, TD und ND) direkt vermessen werden können. Mit den Netzebenenabständen d_{RD}^{hkl} , d_{TD}^{hkl} und d_{ND}^{hkl} für die beiden Phasen von Cu und Nb wird zum ersten die individuelle Dehnung (ε^{hkl}) für jeden Reflexe durch die Gleichung

$$\varepsilon_i^{hkl} = \frac{d_i^{hkl} - d_0^{hkl}}{d_0^{hkl}} \quad (i = RD, TD, ND) \quad (Gl.5-24)$$

bestimmt. Dabei ist d_0 der Netzebenenabstand der Phase im ungespannten Zustand (Siehe Tabelle 5.6). Die statistischen Fehler der Dehnungsbestimmung werden in Gleichung Gl.5-25 beschrieben.

$$\Delta^2(\varepsilon) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial x_i} \right)^2 \Delta^2(x_i) \quad \text{oder}$$

$$\pm \Delta \varepsilon = \sqrt{\left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial d} \right)^2 * \Delta^2 d + \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial d_0} \right)^2 * \Delta^2 d_0} \quad (Gl.5-25)$$

Die Abbildungen 5.11 und 5.12 zeigen die Verteilungen der Dehnungen in drei Richtungen (RD, TD und ND) der Proben separat von Cu (311) und Cu (200) unter die Tieftemperatur- und Wärmebehandlungen mit den verschiedenen Temperaturen. Die Dehnungen von Cu (311) und Cu (200) erscheinen immer positiv. Der Lauf der Dehnungen ist deutlich abhängig von den Probenorientierungen. Unter Raumtemperatur zeigen die Dehnungen von Cu (311) und Cu (200) in RD-Richtungen im Vergleich zu den anderen zwei Richtungen (TD und ND) ein Minimum. Aber von 200°C bis 1000°C stellen die Dehnungen in RD-Richtungen ein Maximum dar. Mit zunehmenden Temperaturen liegen steigenden Tendenzen der Änderungen der Dehnungen von Cu (311) und Cu(200) vor.

Die gemessenen Dehnungen der Proben von Nb (220) und Nb (211) unter Tieftemperatur- und Wärmebehandlungen zeigen negative Werte (Abbildung 5.13 und 5.14). Die Verteilungen der

Dehnungen hängen deutlich von den Probenorientierungen ab. Für beide Reflexe Nb (220) und Nb (211) werden die Minima der Dehnungen in TD –Richtungen unter Raumtemperatur betrachtet. Von 200°C bis 1000°C stehen die Minima der Dehnungen in RD –Richtungen. Die gemeinsamen Änderungen der Dehnungen mit den Änderungen der Temperatur sind für Nb (220) und Nb (211) nicht deutlich.

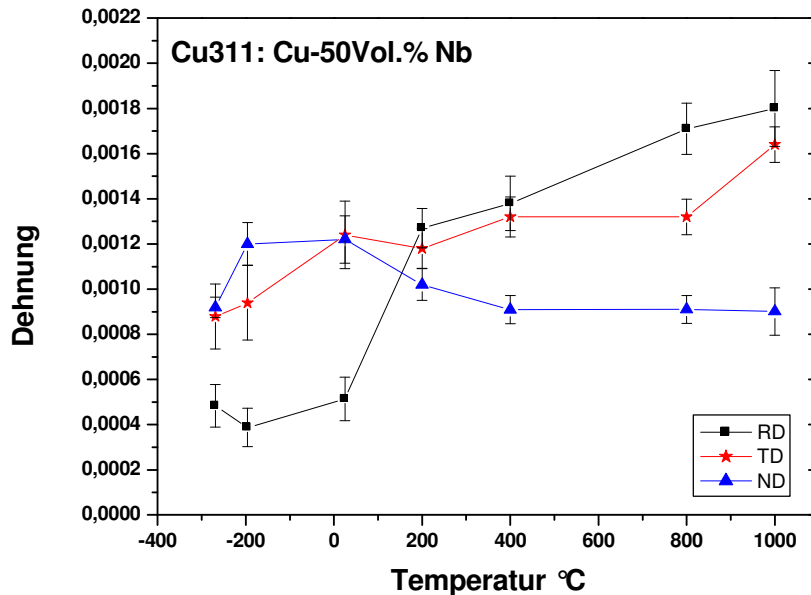


Abbildung 5.11 Die gemessenen Dehnungen der Proben von Cu 311 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

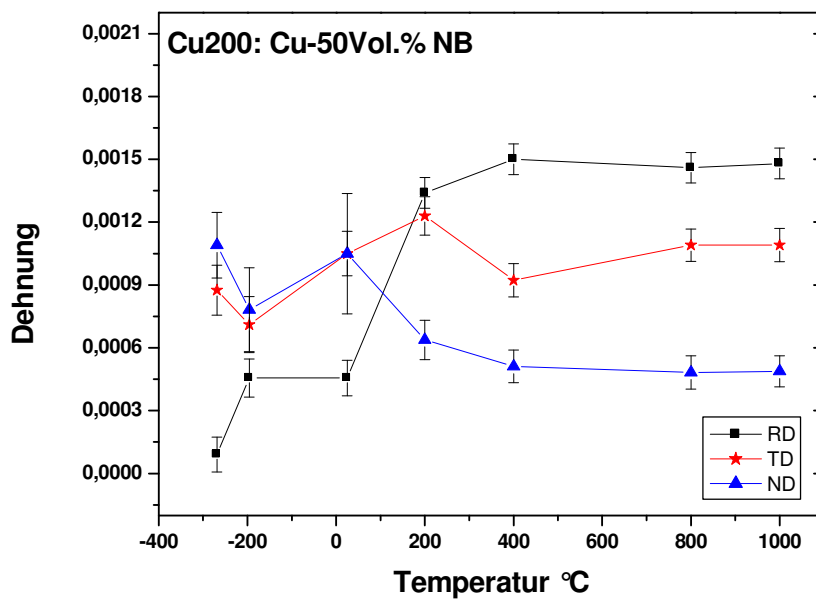


Abbildung 5.12 Die gemessenen Dehnungen der Proben von Cu 200 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

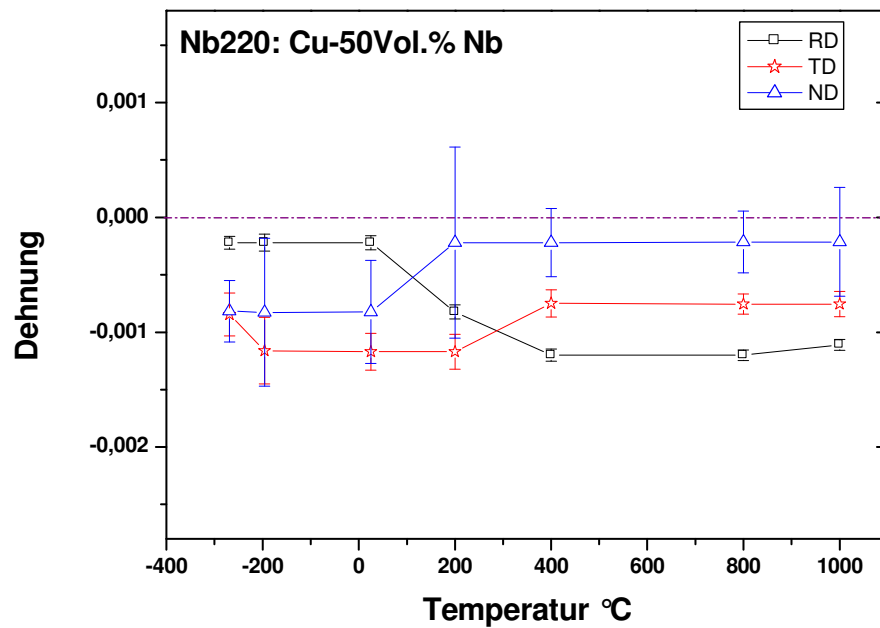


Abbildung 5.13 Die gemessenen Dehnungen der Proben von Nb220 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

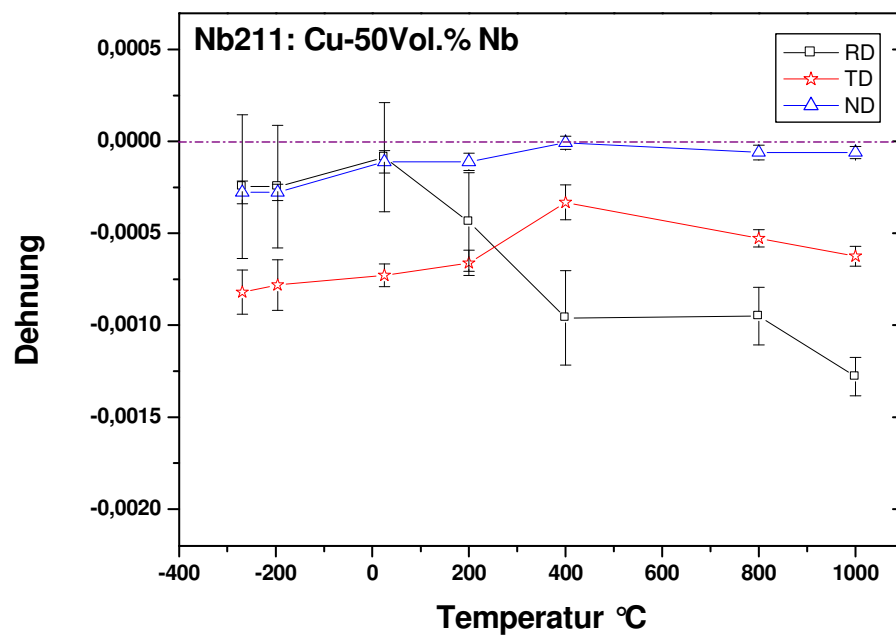


Abbildung 5.14 Die gemessenen Dehnungen der Proben von Nb211 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

In den Abbildungen 5.15 und 5.16 werden die Verteilungen der Dehnungen von Cu (311) und Cu (200) der Proben gezeigt, die mit 800°C wärmebehandelt und anschließend kältebehandelt wurden. Es ist deutlich erkennbar, dass sich nach den Kältebehandlungen die Dehnungen für beide Reflexe Cu (311) und Cu (200) verkleinert und die Unterschiede der Dehnungen in drei Richtungen auch klein werden. Die Werte der Dehnungen für Cu311 und Cu200 sind in alle Probenrichtungen positiv.

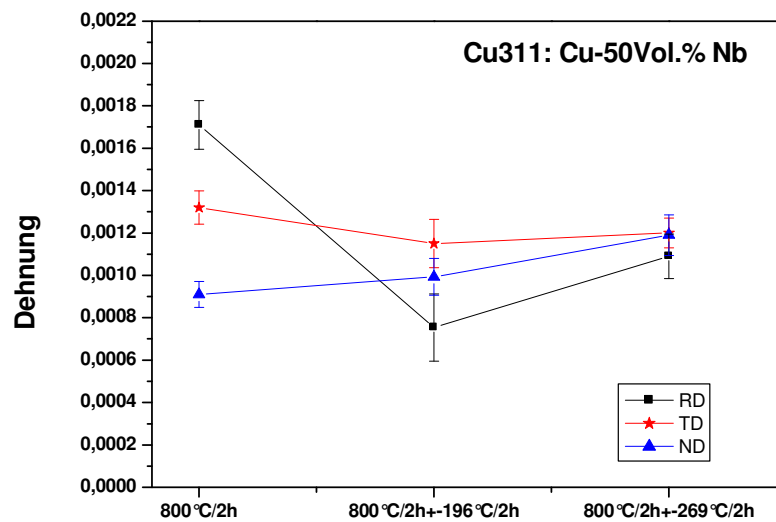


Abbildung 5.15 Die gemessenen Dehnungen von Cu311 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

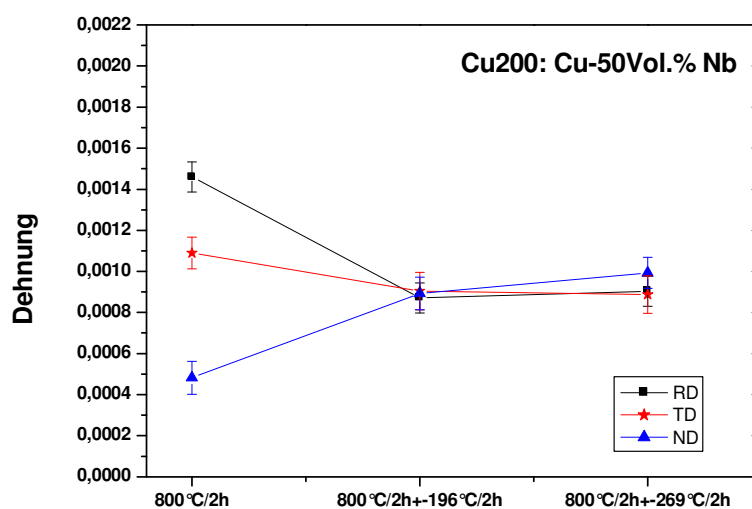


Abbildung 5.16 Die gemessenen Dehnungen von Cu200 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

Im Vergleich zur Abbildungen 5.15 und 5.16 zeigen die Dehnungen in den Reflexen Nb (220) und Nb (211) (Abbildungen 5.17 und 5.18) einen einheitlicheren Verlauf. Hierbei sind die Werte der Dehnungen negativ. Die Unterschiede der Dehnungswerte sind gering.

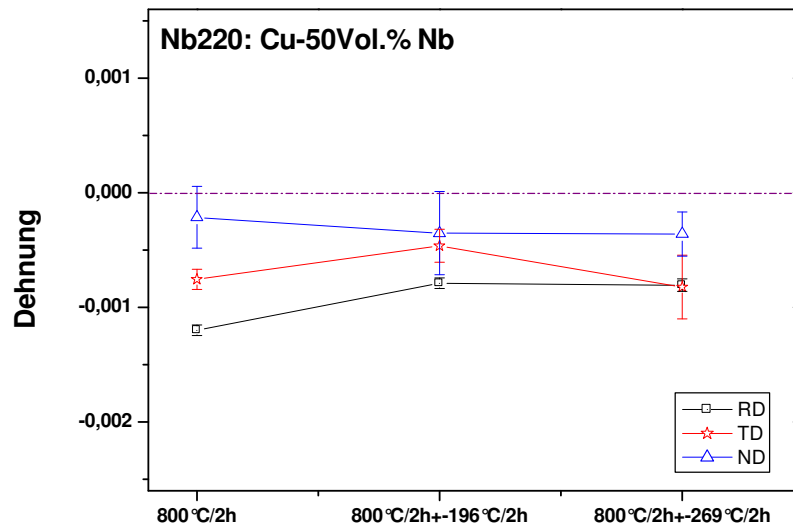


Abbildung 5.17 Die gemessenen Dehnungen von Nb220 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

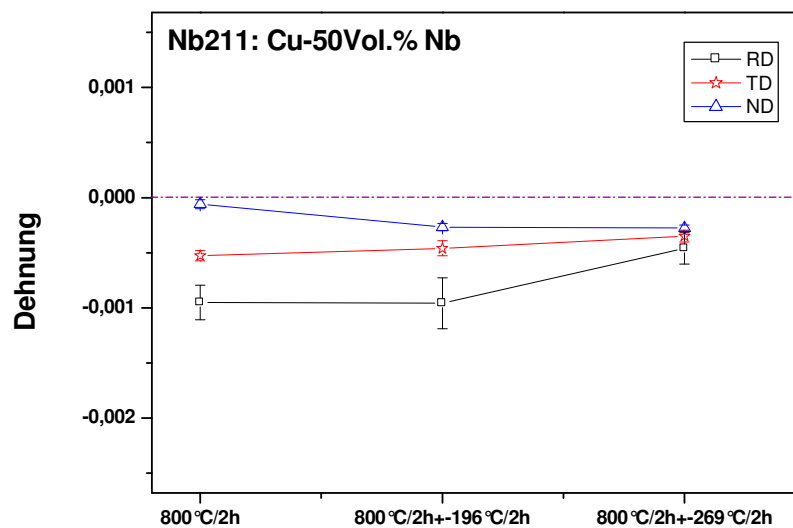


Abbildung 5.18 Die gemessenen Dehnungen von Nb211 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

Die Abbildungen 5.19 und 5.20 zeigen separat die Verteilungen der Dehnungen von Cu (311) und Cu (200) der Proben, die wärmebehandelt mit 1000°C und anschließenden mit -196°C bzw. -269°C kältebehandelt wurden. Die Werte der Dehnungen verhalten sich positiv in allen drei Richtungen für Cu (311) und Cu (200). Es ist festzustellen, dass sich nach den Tieftemperaturbehandlungen die Unterschiede bei den Dehnungen für alle drei Richtungen für beiden Reflexe verkleinert.

Für Cu (311)-Reflexe nehmen die Unterschiede der Dehnungen in den drei Richtungen mit den abnehmenden Temperaturen der Tieftemperaturbehandlungen ab. Die Dehnungen der Cu (220)-Reflexe in RD -Richtung stellen ein Minimum nach den Kältebehandlungen dar. Die Verteilungen und die Größen der Dehnungen der Cu (220)-Reflexe in allen Richtungen sind fast unabhängig von den Temperaturen der Kältebehandlungen.

Die Dehnungen für die Reflexe Nb (220) und Nb (211) der Proben, die 2h mit 1000°C wärmebehandelt und anschließend kältebehandelt worden sind, zeigen negativen Werte (Abbildungen 5.21 und 5.22). Gegenüber den Proben, die nur wärmebehandelt wurden sind nur sehr kleine Unterschiede zu beobachten.

Die Dehnungen für die Reflexe Nb (220) nach den Tieftemperaturbehandlungen sind in für alle drei betrachteten Richtungen (RD,TD,ND) nahezu gleich groß. Die minimale Dehnung von Nb (220) ist immer in Strangpressrichtung (RD), was gleichzeitig die bevorzugte Richtung aus der Texturanalyse ist. Um diesen Zusammenhang zwischen Textur und Dehnung näher zu beschreiben ist ein Vergleich zwischen Textur- und Dehnungspolfigur notwendig, der hier nicht geführt werden kann.

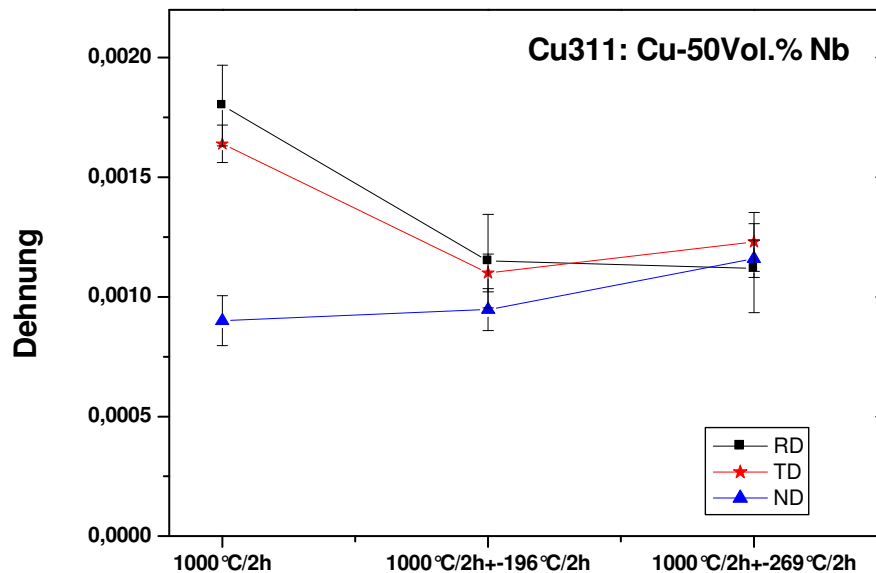


Abbildung 5.19 Die gemessenen Dehnungen der Proben von Cu311 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

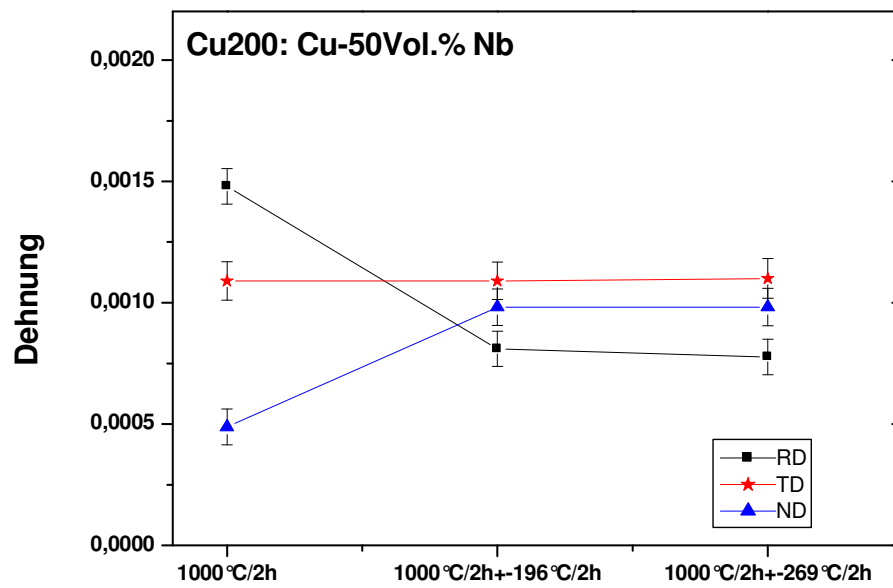


Abbildung 5.20. Die gemessenen Dehnungen von Cu311 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

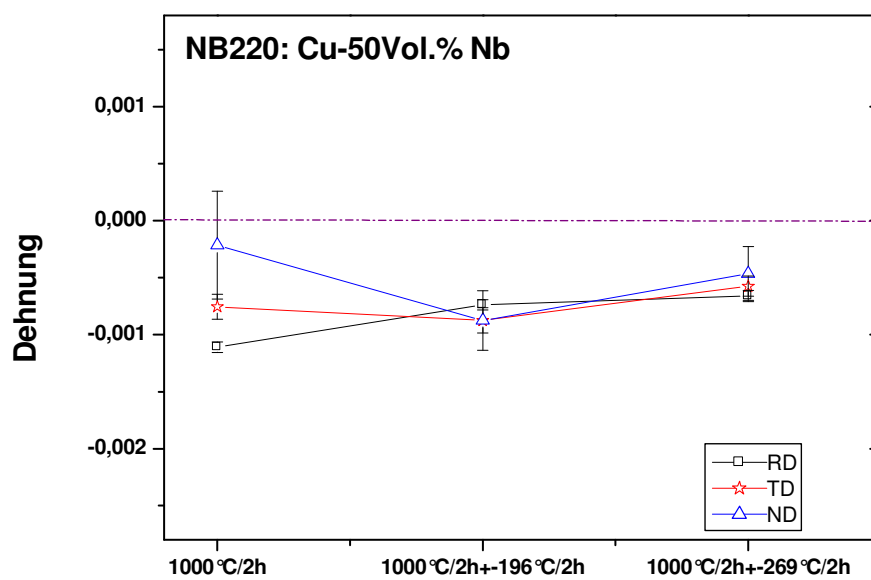


Abbildung 5.21. Die gemessenen Dehnungen von Nb220 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

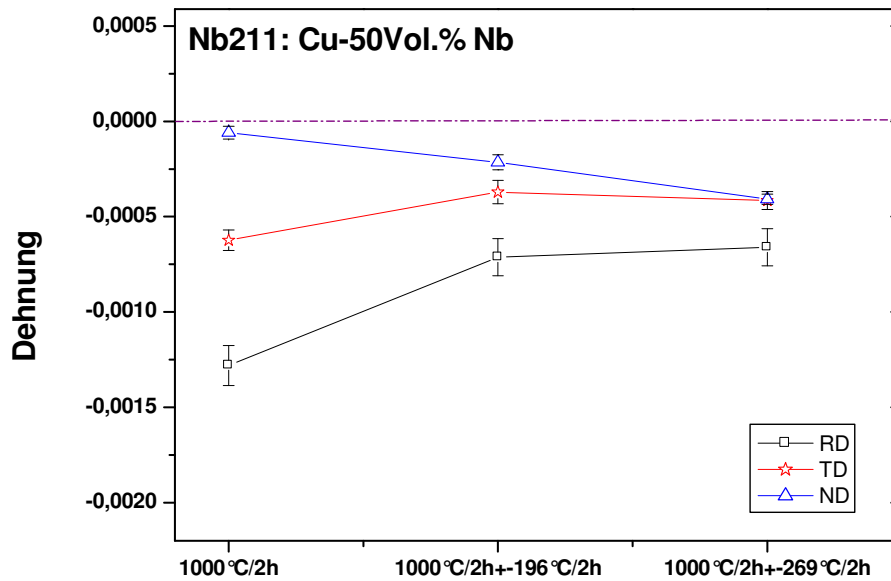


Abbildung 5.22. Die gemessenen Dehnungen von Nb211 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

5.3.3. Bestimmung der Eigenspannung

Unter Voraussetzung der linearen Elastizitätstheorie kann die Eigenspannung nach der Gleichung Gl.5.26 beschrieben werden [5.2].

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{(1+\nu)} \epsilon_{ij} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \delta_{ij} \epsilon_{kk} \quad (\text{Gl.5.26})$$

Wobei ν die Poissonsche Zahl ist. E ist der Elastizitätsmodul (Youngs Modulus). Die Bezeichnung $\nu E / [(1+\nu)(1-2\nu)]$ ist als Lames Konstante bekannt. Kroneckers Delta (δ_{ij}) ist definiert zu.

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 1, & i = j \\ 0, & i \neq j \end{cases} \quad (\text{Gl.5.27})$$

5.3.3.1. Polykristallelastizitätskonstanten

Werkstoffe werden in der Regel aus vielen Kristalliten aufgebaut. Diese Kristallite besitzen verschiedenen Orientierungen, was zu kristallographischen Texturen führt. Zur Bestimmung der makroskopischen Elastizitätskonstanten muss die Orientierungsverteilung der Kristallite

und entsprechende Wechselwirkungen berücksichtigt werden. Im Bezug auf den Textureinfluss der zweiphasigen Verbundwerkstoffe in dieser Arbeit muss der E –Modul in der obigen Gleichung (Gl.5.26) für die Bestimmung der Eigenspannung variiert werden. Dazu kann man unter anderem die drei folgenden Methoden [5.2, 5.23, 5.24] auswählen.

(1) „**Voigt - Ansatz**“ (1928)

„Beim „Voigt -Ansatz“ wird angenommen, dass alle Kristalle eine gleichförmige Dehnung unter Belastung besitzen. Die richtungsabhängigen E-Modulwerte können mit Hilfe der Einkristall-Konstanten S_{11} , S_{12} und S_{44} mit den beiden folgenden Gleichungen beschrieben werden [5.2, 5.25, 5.26].

$$S_1 = \left(\frac{-\nu}{E} \right)_V = \frac{-(C_{11} + 4C_{12} - 2C_{44})}{2(C_{11} + 2C_{12})(C_{11} - C_{12} + 3C_{44})} \quad (\text{Gl.5.28})$$

$$= \frac{2S_0(S_{11} + 2S_{12}) + 5S_{12} * S_{44}}{6S_0 + 5S_{44}}$$

$$\frac{1}{2}S_2 = \left(\frac{1+\nu}{E} \right)_V = \frac{5}{2(C_{11} - C_{12} + 3C_{44})} \quad (\text{Gl.5.29})$$

$$= \frac{5S_{44} * (S_{11} - S_{12})}{6S_0 + 5S_{44}}$$

$$S_0 = S_{11} - S_{12} - S_{44}/2$$

Hierbei werden die röntgenographischen Elastizitätskonstanten (REK) eingeführt:

$$S_1(hkl) = \left(\frac{-\nu}{E} \right)^{hkl} ; \quad \frac{1}{2}S_2(hkl) = \left(\frac{1+\nu}{E} \right)^{hkl}$$

Wobei h,k,l die Millerschen Indizes sind.

(2) „**Reuss - Ansatz**“ (1929)

Bei dem Reuss – Approximationsverfahren wird eine gleiche durchschnittliche Spannung unter Belastung angenommen. Die Young’schen Moduln ergeben sich dann zu [5.2, 5.25, 5.27].

$$S_1 = \left(\frac{-\nu}{E} \right)_R = S_{12} + (S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44}) \Gamma \quad (\text{Gl.5.30})$$

$$\frac{1}{2} S_2 = \left(\frac{1+\nu}{E} \right)_R = S_{11} - S_{12} - 3(S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44}) \Gamma \quad (\text{Gl.5.31})$$

für kubische Kristallen,

$$\Gamma = \frac{h^2 k^2 + k^2 l^2 + l^2 h^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \Leftrightarrow \text{Orientierungsfaktor}(\text{orientation-term})$$

Wobei h,k,l die Millerschen Indizes sind. Zur Berechnung der Elastizitätskonstanten mit dem Reuß'schen Ansatz wird häufig direkt die Gleichung Gl.5.32 eingesetzt [5.2, 5.28]:

$$E_{<hkl>}^{-1} = S_{11} - 2S_0 \Gamma \quad (\text{Gl.5.32})$$

(3) „Hill - Ansatz“(1952)

Mit dem Hill- Approximationsverfahren wird der Mittelwert der Voigt - und Reuss - Methoden annähernd dargestellt [5.2, 5.23].

$$\left(E_{Hill}^{hkl} \right)^{-1} = \frac{1}{2} * \left(\frac{1}{E_{voigt}^{hkl}} + \frac{1}{E_{Reuss}^{hkl}} \right)^{-1} \quad (\text{Gl.5.33})$$

Unter Berücksichtigung der Poissonschen Zahl (ν^{hkl}) kann die Gleichung Gl.5.34 bestimmt werden zu.

$$\nu^{hkl} = - \frac{S_{12} + \Gamma S_0}{S_{11} - 2 * \Gamma S_0} \quad (\text{Gl.5.34})$$

Mit den elastischen Konstanten der Steifheit $C_{11} = 168,4$ GPa, $C_{12} = 121,4$ GPa und $C_{44} = 75,4$ GPa für Cu [5.2] und $C_{11} = 245,6$ GPa, $C_{12} = 138,7$ GPa und $C_{44} = 29,3$ GPa für Nb [5.29, 5.30, 5.31] lassen sich die elastischen Konstanten mit den unterschiedlichen Modellen berechnen, siehe Tabelle 5.7.

Tabelle 5.7 Berechnete Elastizitätskonstanten von Cu und Nb

Model		E^{100} (GPa)	E^{110} (GPa)	E^{111} (GPa)	E^{211} (GPa)	E^{311} (GPa)	E (GPa)	G (GPa)	ν
Voigt	Cu	147,53					130	48	0,34
	Nb	110,99					105	38	0,40
Reuß	Cu	66,69	130,34	191,15	130,34	96,19	130	48	0,34
	Nb	152,56	91,47	80,70	91,47	107,48	105	38	0,40
Hill	Cu	91,85	138,39	166,53	138,40	116,46	130	48	0,34
	Nb	125,92	101,32	95,13	101,32	109,26	105	38	0,40

5.3.3.2. Bestimmung der Eigenspannung der einzelnen Reflexen

In dieser Arbeit wird zur Bestimmung der Eigenspannungen die Gleichung (Gl.5.32) verwendet. Hierzu wird die Poissonsche Zahl mit folgenden Werten verwendet: $\nu^{hkl} = \nu = 0,34$ [5.2, 5.22] für Cu, und 0,40 für Nb [5.22, 5.25, 5.26]. Dadurch wird die Gleichung (Gl.5.28) umgestellt und für jede entsprechende Spannung wie folgt beschrieben.

$$\sigma_x^{hkl} = \frac{E^{hkl}}{1 + \nu^{hkl}} \epsilon_x^{hkl} + \frac{\nu^{hkl} E^{hkl}}{(1 + \nu^{hkl})(1 - 2\nu^{hkl})} (\epsilon_x^{hkl} + \epsilon_y^{hkl} + \epsilon_z^{hkl}) \quad (\text{Gl.5.35a})$$

$$\sigma_y^{hkl} = \frac{E^{hkl}}{1 + \nu^{hkl}} \epsilon_y^{hkl} + \frac{\nu^{hkl} E^{hkl}}{(1 + \nu^{hkl})(1 - 2\nu^{hkl})} (\epsilon_x^{hkl} + \epsilon_y^{hkl} + \epsilon_z^{hkl}) \quad (\text{Gl.5.35b})$$

$$\sigma_z^{hkl} = \frac{E^{hkl}}{1 + \nu^{hkl}} \epsilon_z^{hkl} + \frac{\nu^{hkl} E^{hkl}}{(1 + \nu^{hkl})(1 - 2\nu^{hkl})} (\epsilon_x^{hkl} + \epsilon_y^{hkl} + \epsilon_z^{hkl}) \quad (\text{Gl.5.35c})$$

x-, y- und z-Richtungen entsprechen hierbei TD-, RD- und ND –Richtungen.

Die statistischen Fehler der Spannungen werden, wie in Gleichung Gl.5-36 beschrieben, angegeben.

$$\pm \Delta \sigma_x = \sqrt{\left(\left(\frac{\partial \sigma_x}{\partial \varepsilon_x} \right)^2 * \Delta \varepsilon_x^2 + \left(\frac{\partial \sigma_x}{\partial \varepsilon_y} \right)^2 * \Delta \varepsilon_y^2 + \left(\frac{\partial \sigma_x}{\partial \varepsilon_z} \right)^2 * \Delta \varepsilon_z^2 + \left(\frac{\partial \sigma_x}{\partial E_{hkl}} \right)^2 * \Delta E_{hkl}^2 + \left(\frac{\partial \sigma_x}{\partial \nu_{hkl}} \right)^2 * \Delta \nu_{hkl}^2} \quad (\text{Gl.5.36})$$

Die Abbildungen 5.23 und 5.24 zeigen die Verteilungen der Spannungen in den drei Richtungen (RD, TD und ND) der Proben separat für Cu (311) und Cu (200) für alle Temperaturen angeben. Die Spannungen von Cu (311) und Cu (200) liegen immer positiv (Zugspannung) vor. Der Lauf der Spannungen ist klar abhängig von den Probenorientierungen ab.

Bei Raumtemperatur (Ausgangssprobe) zeigen die Spannungen von Cu (311) und Cu (200) in RD-Richtungen im Vergleich mit den anderen beiden Richtungen (TD und ND) ein Minimum. Aber von 200°C bis 1000°C stellen die Spannungen in RD-Richtungen ein Maximum dar. Mit den zunehmenden Temperaturen steigen die Spannungen von Cu (311) in alle drei Richtungen deutlich auf. Von 200°C bis 1000°C verändern sich die Spannungen von Cu (200) nur wenig.

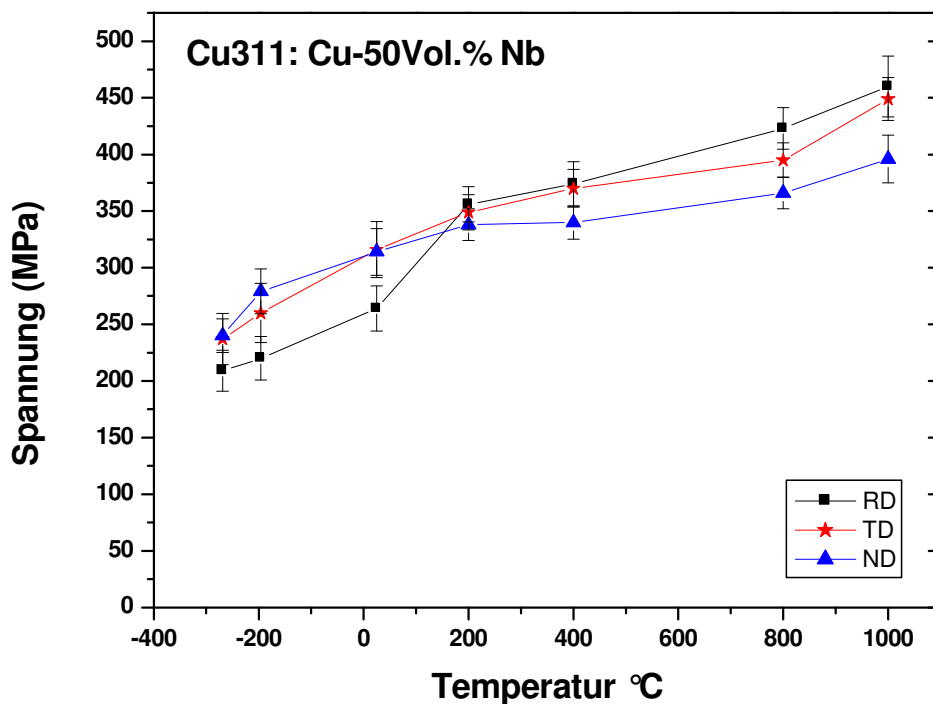


Abbildung 5.23 Eigenspannungen von Cu311 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

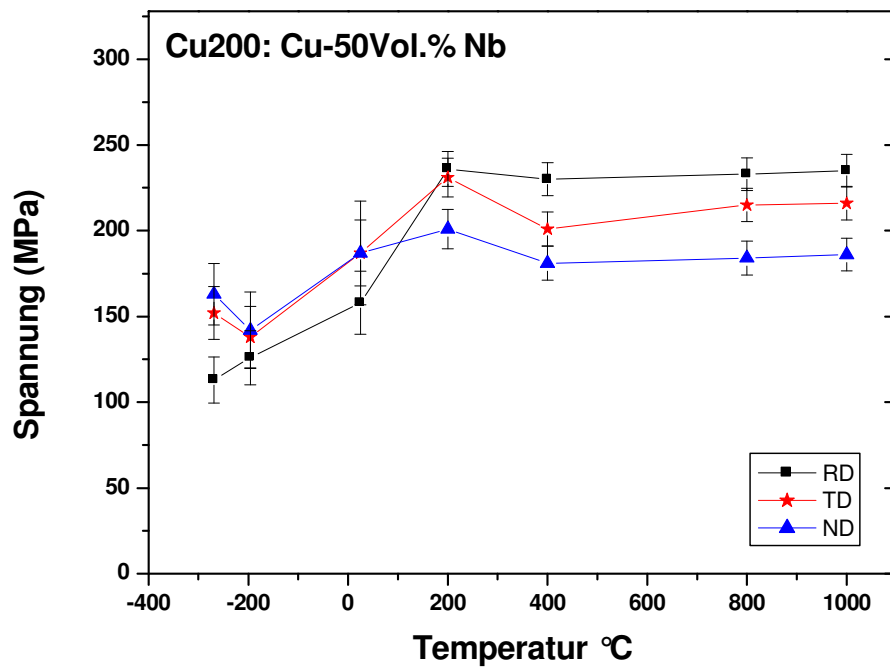


Abbildung 5.24 Eigenspannungen von Cu200 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

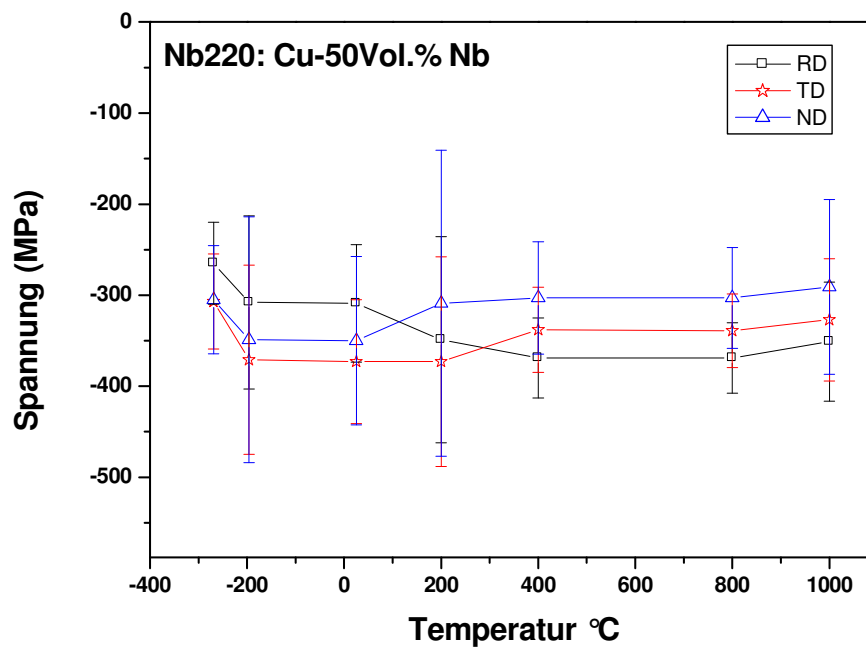


Abbildung 5.25 Eigenspannungen von Nb220 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

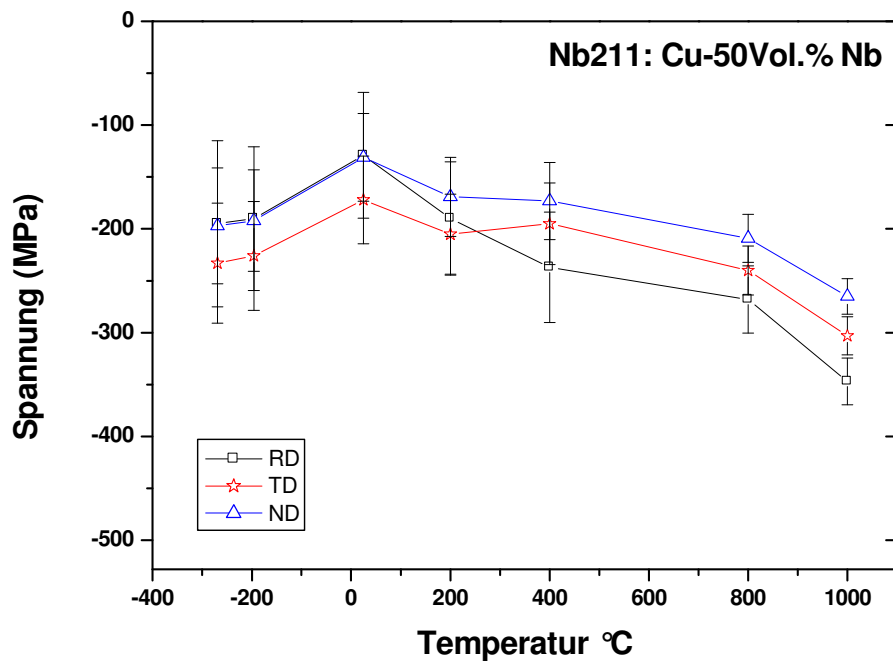


Abbildung 5.26 Eigenspannungen von Nb211 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

Die Abbildungen 5.27 und 5.28 zeigen separat die Verteilungen der Spannungen von Cu (311) und Cu (200) der Proben, die wärmebehandelt (800°C) und anschließend kalt behandelt wurden. In den Abbildungen 5.29 und 5.30 werden die berechneten Eigenspannungen für die Reflexe von Nb (220) und Nb (211) der Proben dargestellt.

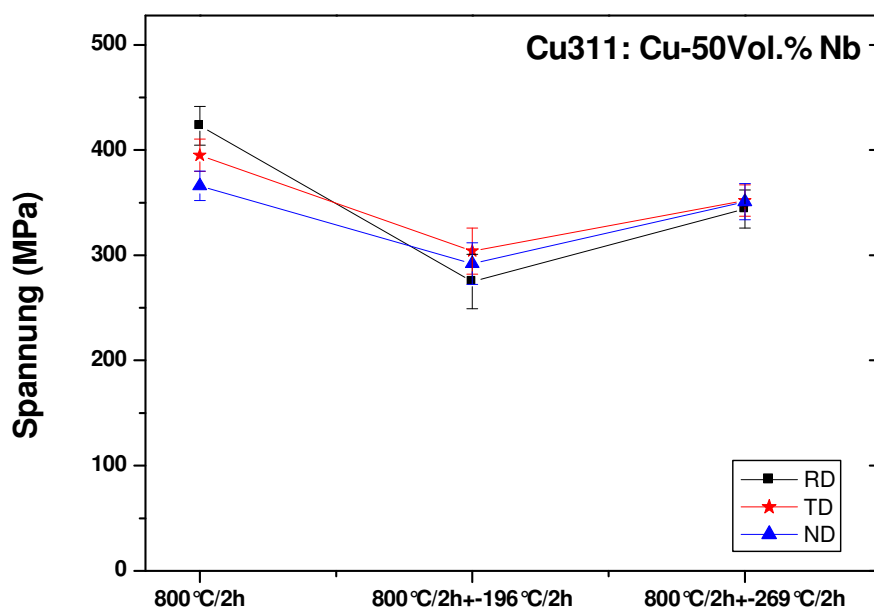


Abbildung 5.27 Eigenspannungen von Cu311 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

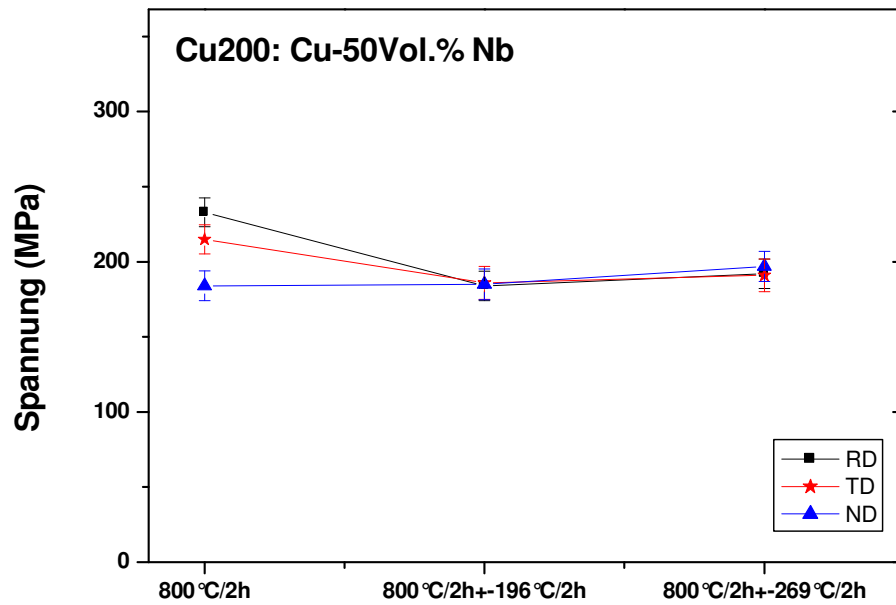


Abbildung 5.28 Eigenspannungen von Cu200 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

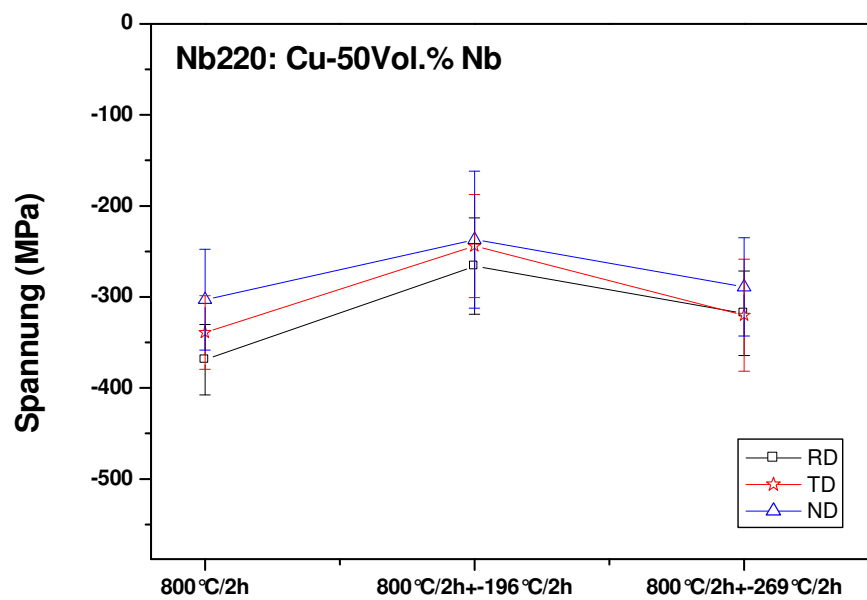


Abbildung 5.29 Eigenspannungen von Nb220 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

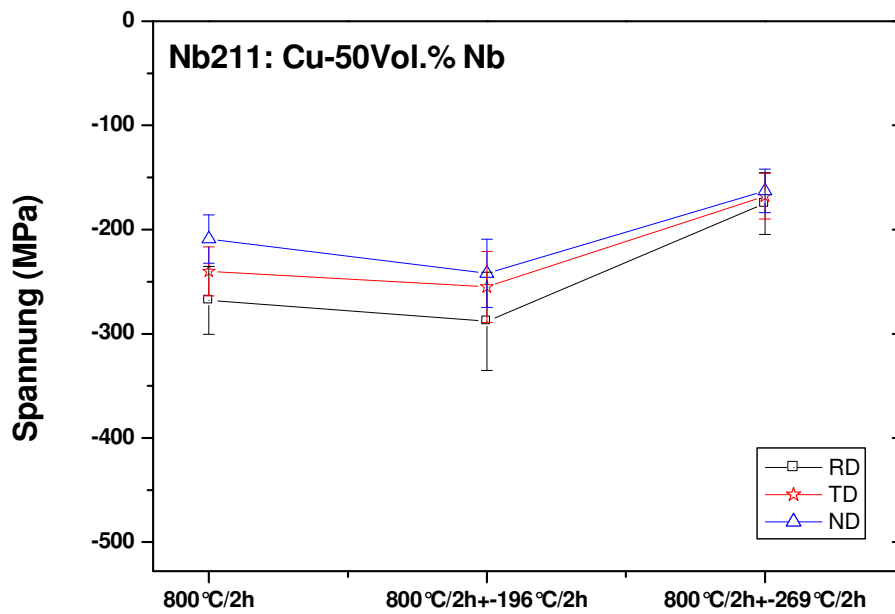


Abbildung 5.30 Eigenspannungen von Nb211 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

Die Abbildungen 5.31 und 5.32 zeigen separat die Verteilungen der Spannungen von Cu (311) und Cu (200) der Proben, die wärmebehandelt (1000°C) und anschließend kalt behandelt wurden. In den Abbildungen 5.33 und 5.34 werden die berechneten Eigenspannungen für die Reflexe von Nb (220) und Nb (211) der Proben dargestellt.

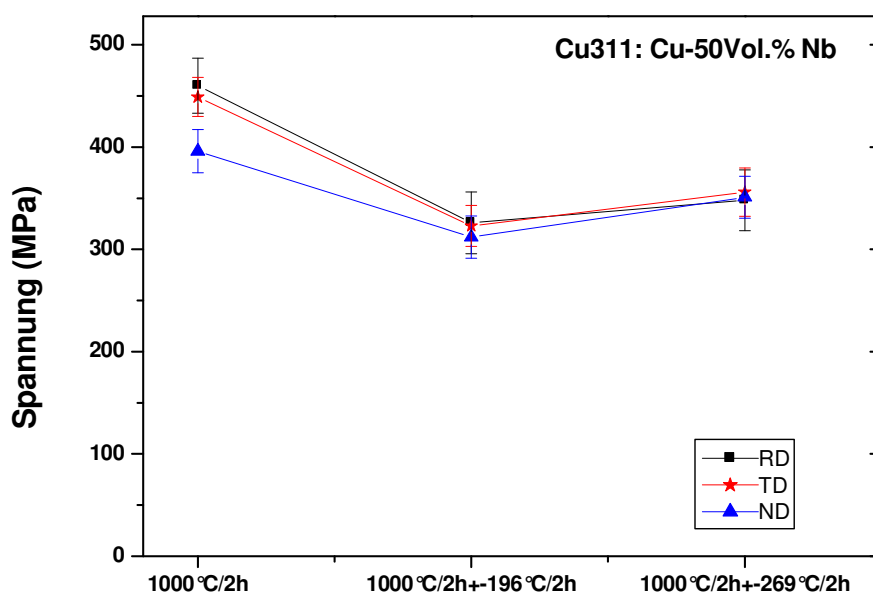


Abbildung 5.31 Eigenspannungen von Cu311 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

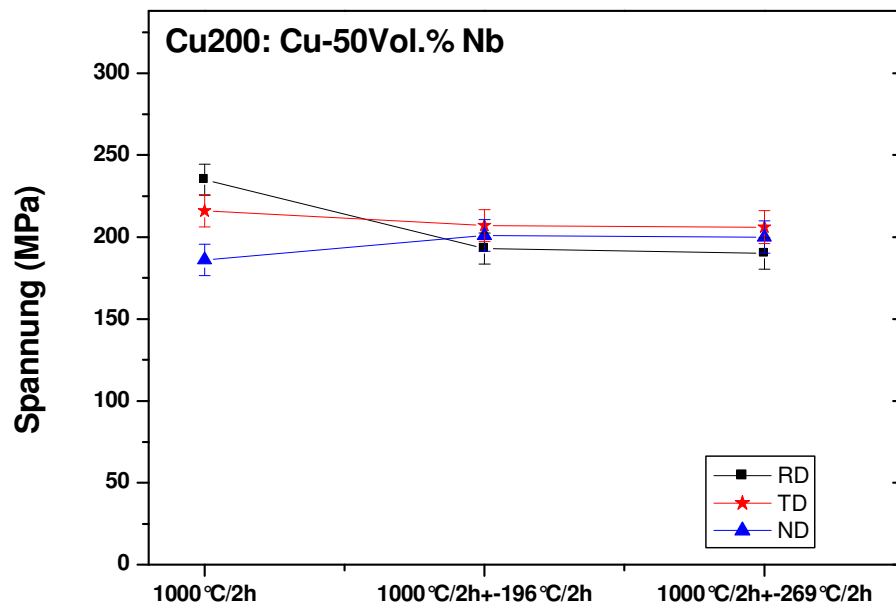


Abbildung 5.32 Eigenspannungen von Cu200 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

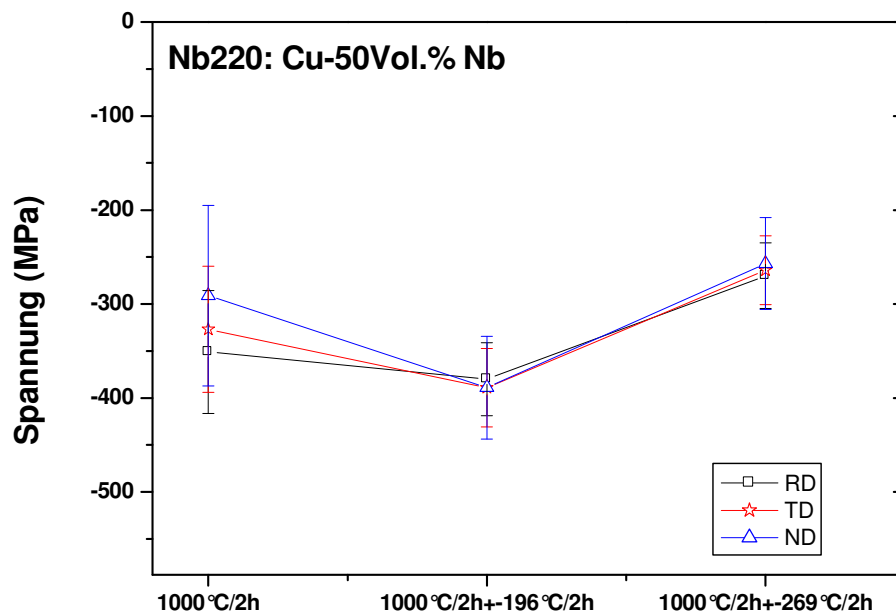


Abbildung 5.33 Eigenspannungen von Nb220 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

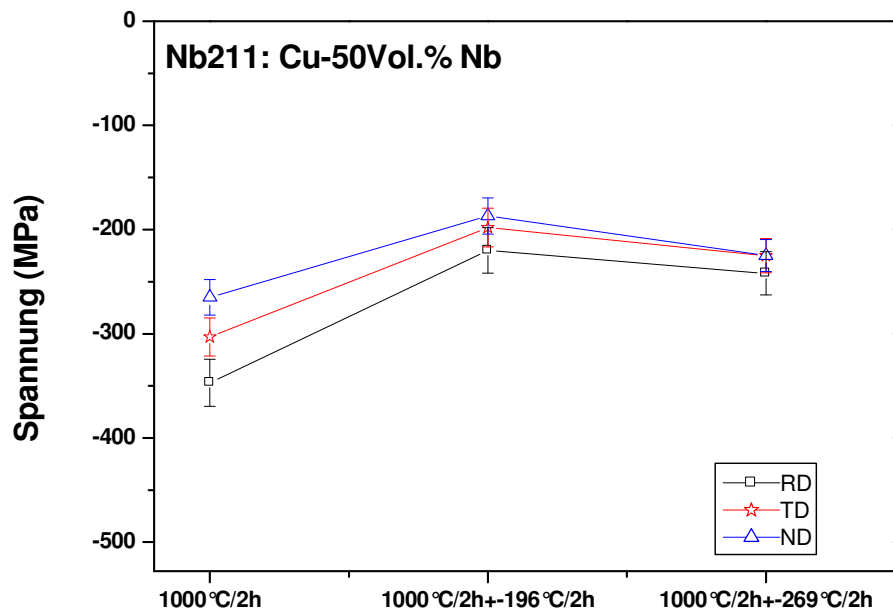


Abbildung 5.34 Eigenspannungen von Nb211 des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs

5.3.3.3. Bestimmung der Eigenspannung der zweiphasigen Verbundwerkstoffen

Wie in Anlehnung an die Beschreibung der örtlich vorliegenden Eigenspannungen der einphasigen Werkstoffe setzen sich auch die vorliegenden Verhältnisse bei einem zweiphasigen Werkstoff (oder Verbundwerkstoff) aus den drei genannten Eigenspannungsanteilen zusammen. Hierbei werden Eigenspannungen I.Art als Makroeigenspannungen, Eigenspannungen II.Art und III.Art als Mikro eigenspannungen definiert. Im Vergleich zu einphasigen Werkstoffen können die Eigenspannungen I.Art und II.Art des zweiphasigen Werkstoffes bei Beugungsmethode (Röntgen- oder Neutronstrahlen) nicht direkt vermessen werden. In der Regel werden unmittelbar die phasenspezifischen Eigenspannungen der beiden Phasen gemessen und benutzt. Diese phasenspezifischen Eigenspannungen setzen sich aus den Eigenspannungen I.Art und den Mittelwerten der Eigenspannungen II. Art zusammen [5.2, 5.5, 5.28, 5.32].

In dieser Arbeit werden die Eigenspannungszustände durch die phasenspezifischen Eigenspannungen der beiden Phasen von Cu und Nb dargestellt. Die phasenspezifischen Eigenspannungen der beiden Phasen werden hierbei durch die Summierungen der Eigenspannungen der einzelnen Reflexe separat in Richtung jeder Koordinatenachse bestimmt.

Für Cu-Phase:

$$\sigma_i^{Cu} = \frac{1}{j} \sum_1^j \sigma_i^{hkl} = \frac{\sigma_i^{200} + \sigma_i^{311}}{2} \quad (i = \text{RD, TD, ND}) \quad (\text{Gl.5.37})$$

und

Für Nb-Phase:

$$\sigma_i^{Nb} = \frac{1}{j} \sum_1^j \sigma_i^{hkl} = \frac{\sigma_i^{211} + \sigma_i^{220}}{2} \quad (i = \text{RD, TD, ND}) \quad (\text{Gl.5.38})$$

In der Abbildung 5.35 werden die Eigenspannungsverteilungen von Cu – 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe in Abhängigkeit der unterschiedlichen thermischen Behandlung gezeigt. Bei Raumtemperatur stehen fast die balancierten Zustände der Spannungen zwischen den Cu- und Nb- Phasen. Die unterschiedlichen Eigenspannungsverteilungen in den drei Richtungen für die beiden Phasen sind deutlich erkennbar, obgleich diese Unterschiede klein sind.

Mit zunehmenden Temperaturen von -269°C bis 1000°C steigen die Eigenspannungen der Cu-Phasen in den drei Richtungen deutlich an. Bei Raumtemperatur liegen die Minima der Eigenspannungen der Cu-Phasen in der RD –Richtung vor. Dagegen sind die Maxima der Eigenspannungen der Cu-Phasen in der RD –Richtung mit den Wärmebehandlungen in der Temperatur von 200°C bis 1000°C. Hier spiegelt sich der Einfluss der Textur auf die Spannungsentwicklung wieder.

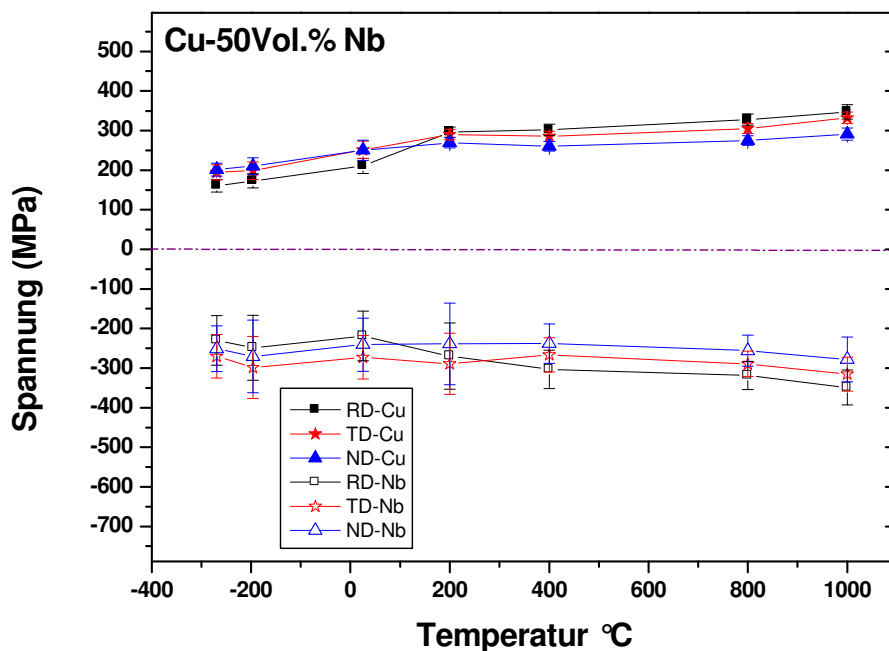


Abbildung 5.35. Eigenspannung von Cu – 50vol.%Nb Verbundwerkstoffe

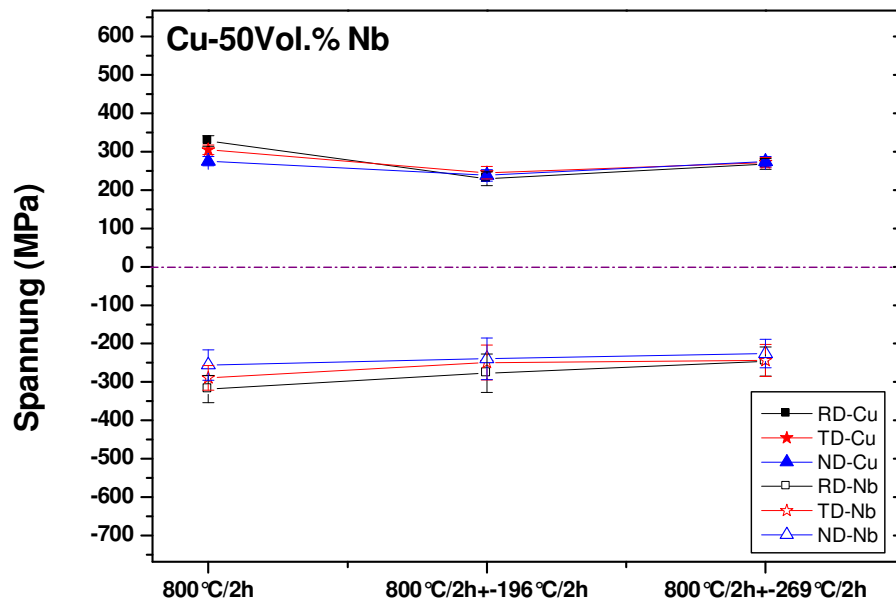


Abbildung 5.36. Eigenspannungsverteilung bei 800°C/2h Glühung bei den anschließenden Tieftemperaturbehandlungen von Cu – 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

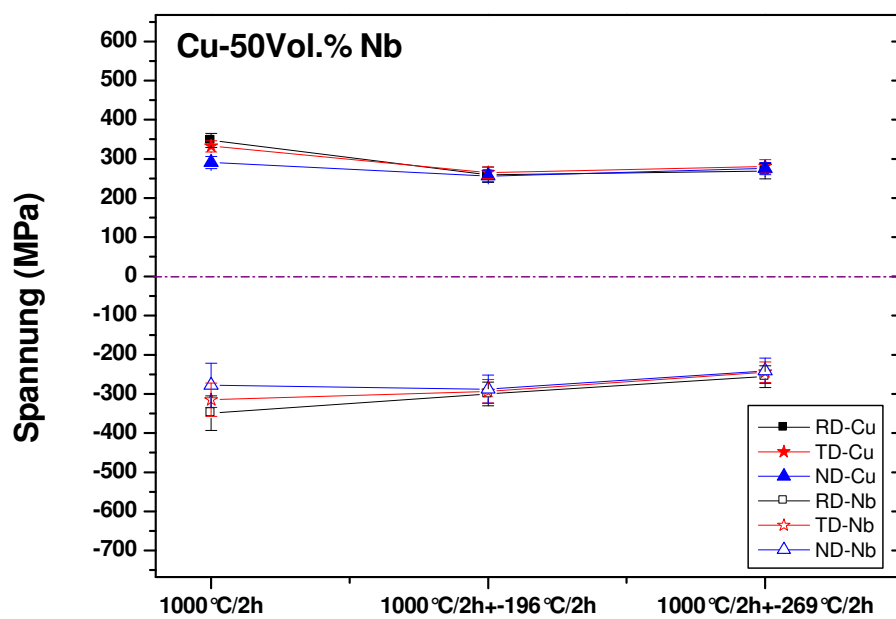


Abbildung 5.37. Eigenspannungsverteilung bei 1000°C/2h Glühung bei den anschließenden Tieftemperaturbehandlungen von Cu – 50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

Das Nb befindet sich bei RT in einem Druckspannungszustand, der in allen drei gemessenen Orientierungen in der gleichen Größenordnung liegt. Nach den Wärmebehandlungen von 200°C bis 1000°C nehmen die Eigenspannungen der Nb-Phasen ebenfalls zu, wie schon beim Cu beobachtet. Beim Nb wurde keine Texturänderung bei thermischer Behandlung von 200° bis 800°C festgestellt (siehe Kapitel 4). Der Einfluss der vorhandenen Textur auf die Ausbildung der thermischen Spannungen ist aber auch beim Nb vorhanden.

Die Abbildung 5.36 stellt die Eigenspannungsverteilungen der beiden Phasen Cu und Nb für die bei 800°C/2h geglühten Proben (im Vakuum-Ofen) und anschließend kalt behandelten dar. Die Spannungen bleiben nahezu unverändert. Gleiches gilt für die Proben, die vor der Kältebehandlung für 2h bei 1000°C im Vakuum-Ofen eingelagert wurden, siehe Abbildung 5.37.

5.4. Textur und Eigenspannung

Die texturierten Werkstoffe beeinflussen den Zusammenhang zwischen den messbaren Gitterdehnungen und den in der vermessenen Phase vorliegenden Spannung bei Beugungsmethoden. Zur Bestimmungen der Eigenspannungen aus den Gitterverteilungen texturbetaffeter Werkstoffzustände stehen die unterschiedlichsten Verfahren zur Verfügung. [5.2, 5.4, 5.5, 5.28, 5.32].

Bunge schlug vor, dass unter Annahme von Voigt, Reuss oder Hill mit den C -Koeffizienten der Orientierungsverteilungsfunktion, ermittelt mit der Reihenentwicklungsmethode, die Eigenspannungsverteilung der abhängigen Richtungen bewertet werden können [5.4]. Die Spannungsfaktoren (F_{ij}) werden von Hauk und Behnken zur Darstellungen der Eigenspannungsverteilungen eingesetzt [5.5, 5.28]. Durch die speziellen Bestimmungen der orientierungsabhängigen Elastizitätskonstanten können auch die Eigenspannungsverteilungen der texturierten Werkstoffe bewertet werden [5.5, 5.32]. Es zeigt, dass die Bestimmung der Eigenspannungen sehr empfindlich von der Textur beeinflusst wird.

Alle Verfahren zeigen, dass die gemessenen Eigenspannungen von den gemessenen Orientierungen abhängig sind. Das bedeutet, dass die gemessenen Eigenspannungswerte zur vermessenen Ebenenschar und Ebenenrichtungen gehören. Die Gleichungen Gl.5.39 und Gl.40 zeigen die Beziehungen von der Messrichtung und der Ebenenschar [5.5, 5.28].

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = F_{ij}(\varphi, \psi, hkl) \varepsilon_{ij} \quad (\text{Gl.5.39})$$

$$F_{ij}(0^\circ, \psi, hkl) = S_1(hkl) + \frac{1}{2} S_2(hkl) \sin^2 \psi \quad (\text{Gl.5.40})$$

Wenn der Winkel ψ gleich 90° ist, sind die gemessenen Dehnungen ($\varepsilon_{\varphi\psi}$) bzw. die daraus berechneten Spannungen weniger von der Textur beeinflusst. Im Vergleich zur Röntgenmethode werden in dieser Arbeit die Eigenspannungen bei konstantem Beugungswinkel ψ gleich 90° gemessen. Das bedeutet hierbei, dass die vorliegenden Eigenspannungswerte im Cu und im Nb von den Texturen weniger beeinflusst werden. Die Anisotropie des E-Moduls wird davon aber nicht betroffen.

6. Untersuchungen der Mikrohärt

Martens schlug um 1900 als Definition der Härte vor: „Härte ist der Widerstand, den ein Körper dem Eindringen eines anderen (härteren) Körpers entgegensetzt.“ [6.1]. Für die gleiche Begriffsbestimmung gilt aber auch die Definition: “Härte ist der Widerstand des Gefüges gegen das Eindringen eines härteren Prüfkörpers (auch als Intender genannt)” [6.2]. Beide Definitionen sind im Prinzip gleich. Obwohl die Härte keine eindeutig definierte physikalische Eigenschaft besitzt, findet sie auf Grund ihres einfachen Messverfahrens in vielen Fällen Verwendung. Die Eigenschaft der Härte lässt sich in relativ komplexer Weise aus der Streckgrenze bzw. der Anfangsfestigung von Werkstoffe (z.B. Stahl) zusammensetzen. Die Näherungsbeziehungen werden oft als $HB \approx 0,95HV \approx 3Re$ (HB Brinellhärte; HV Vickershärte; Re Streckgrenze) beschrieben [6.2, 6.3]. Für die Charakterisierung des Eigenschaftsprofils eines Werkstoffes, welche aus vielen Kennwerten und Kennlinien besteht, sind die Härtemessungen von großer praktischer Bedeutung [6.3, 6.4, 6.5, 6.6, 6.7, 6.8]. In dieser Arbeit wird die Härteuntersuchung mit der Mikrohärtmethode durchgeführt.

6.1. Grundlagen

Die Härteprüfverfahren werden in der Regel wie folgt eingeteilt [6.1]:

- (1). Härteprüfverfahren mit statischer Krafteinwirkung;
Danach werden üblicherweise Makrohärte, Kleinlasthärte, Mikrohärt und Ultramikrohärte nach der Größe der Prüfkraft unterschieden;
- (2). Härteprüfverfahren mit dynamischer Krafteinwirkung;
- (3). Sonderhärteprüfverfahren.

6.1.1. Mohs – Härtemessung

Als Beginn einer im engeren Sinne quantitativen Bewertung der Härte wird die Härteskala von Mohs aus der Zeit um 1822 angesehen, die für Mineralien eingeführt und geeignet ist. Für die Beziehung der Härtewerte lassen sich 10 Härtestufen nach den ausgewählten Mineralien gliedern. Das höhere Mineral kann das niedrigere ritzen. Tabelle 6.1 zeigt die ausführlichen Beschreibungen der Mohsschen Härteskala. In der Metallkunde ist diese Methode wenig sinnvoll.

Tabelle 6.1. Mohs – Härte (Prof. Mohs 1773 – 1839, Wien) [6.2]

1.Talkum	2.Gips,Steinsalz	3.Calcit	4.Flußspat	5.Apatit
6.Feldspat	7. Quarz	8.Topas**	9.Korund**	10.Diamant**

** : 8 – 10 ritzen Fensterglas

6.1.2.Härtemessung mit statischer Krafteinwirkung

Bei dieser Gruppe werden häufig drei Verfahren (HB, HV und HR) angewendet, die nach der geometrischen Form festgelegtes Eindringkörpers (Kugel, Kegel und Pyramide) aus Stahl, Hartmetall oder Diamant gegliedert werden. Dabei wird ein Eindringkörper senkrecht in die Oberfläche der ruhenden Prüfprobe eingedrückt.

(1) Brinell – Härtemessung (HB) (DIN EN 1003-1)

Das Brinell – Verfahren ist erstmals im Jahre 1900 von Brinell vorgestellt worden. Dabei wird eine Stahlkugel mit einer bestimmten Last für eine festgelegte Zeit in das Material eingedrückt. Abbildung 6.1 zeigt die Darstellung der HB Härtemessung.

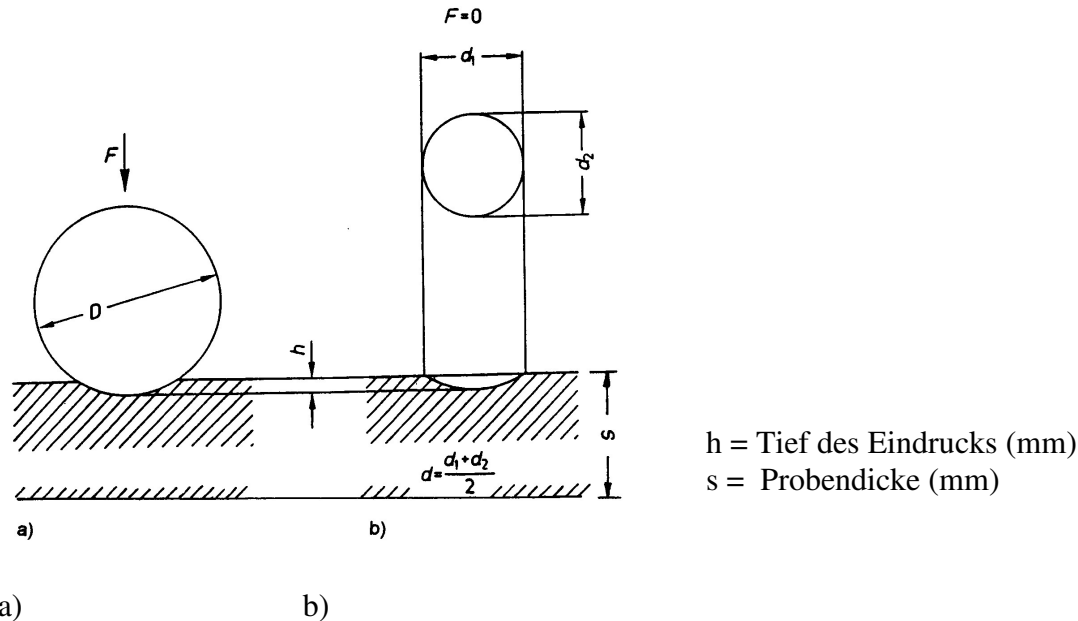


Abbildung 6.1. Brinell – Härtemessung (verändert nach [6.1])

- a).Eindruckerzeugung,
b).Eindruck aus der Messung.

Die Brinellhärte HB wird durch folgende Gleichung beschrieben:

$$HB = \frac{0,102F}{A} = \frac{0,204F}{\pi D(D\sqrt{D^2 - d^2})} \quad (\text{Gl.6.1})$$

- F: Prüfkraft (N),
A: Eindruckoberfläche (mm²),
D: Kugeldurchmesser (mm),
d: arithmetischer Mittelwert aus zwei gemessenen Eindruckdurchmessern (mm).

Beim Brinell – Verfahren können in der Regel relativ große Eindrücke erzeugt werden. Dadurch ist es auch möglich, einen repräsentativen Härtewert auch bei einem grob heterogenen Werkstoff zu erhalten.

(2) Vickers – Härtemessung (HV) (DIN EN ISO 6507)

Das Vickersverfahren (Name von der englischen Firma Vickers) wird von Smith und Sandland im Jahre 1925 entwickelt. Um die technischen Probleme der Abplattung der Stahlkugel bei der Bestimmung von großen Brinellhärten (HB) zu beheben, wird bei der Vickersmessung statt der Stahlkugel eine Diamantpyramide verwendet. Die Seiten der Diamantpyramide schließen einen Winkel von 136° ein. Die Diamantpyramide wird unter

bestimmter Last für eine festgelegte Zeit in das Material eindrückt. Es wird dabei deutlich, dass das Vickersverfahren sehr ähnlich dem Brinellhärteprüfverfahren ist. Abbildung 6.2 zeigt die Härteprüfung nach Vickers.

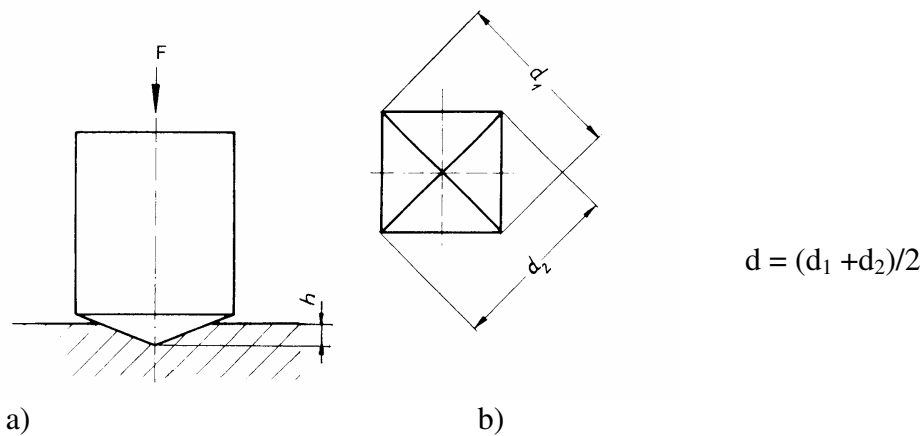


Abbildung 6.2. Vickers-Härtemessung [6.1]: a).Eindruckerzeugung, b).Eindruck aus der Messung.

Mit dem mittleren Diagonaldurchmesser (d) lässt sich die Vickershärte (HV) nach der folgenden Gleichung errechnen:

$$HV = 0,102 \frac{F}{A} = 0,102 \frac{2F \sin(136^\circ/2)}{d^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (\text{Gl.6.2})$$

F : Prüfkraft (N),

A : Eindruckoberfläche (mm^2),

d : arithmetischer Mittelwert aus zwei gemessenen Eindruckdiagonalen (mm).

Normalerweise lässt sich die Vickershärte nach der Prüfkraft in folgende Bereiche unterteilen[6.1]:

(1). Makrohärte: $50 \text{ N} < F \leq 1000 \text{ N}$,

(2). Kleinlasthärte: $2 \text{ N} < F \leq 50 \text{ N}$,

(3). Mikrohärt: $0,01 \text{ N} < F \leq 2 \text{ N}$,

(4). Ultramikrohärte: $F \leq 0,01 \text{ N}$.

Es wird berücksichtigt, dass bei der Vickershärteprüfung eine Prüfkraftabhängigkeit der Härte existiert, was als so genannter Eindruckgrößeneffekt ($\text{ISE} = \text{Indentation Size Effect}$) beschrieben wird. Innerhalb der Bereiche der Kleinlasthärte (HV_3 bis $HV_{0,2}$) und der Mikrohärt ($HV_{0,2}$ bis $HV_{0,01}$) steigen die Härtewerte mit zunehmender Prüfkraft. Das bedeutet, dass die am selben Werkstoff mit verschiedenen Prüfkraften ermittelten Vickershärtewerte nicht vergleichbar sind. In Abbildung 6.3 wird diese Prüfkraftabhängigkeit der Härte dargestellt. Für den Bereich der Makrohärte (HV_5 bis HV_{100}) weisen die

Vickershärtewerte keine Prüfkraftabhängigkeit auf, d.h. die Härtewerte in diesen Bereichen sind vergleichbar.

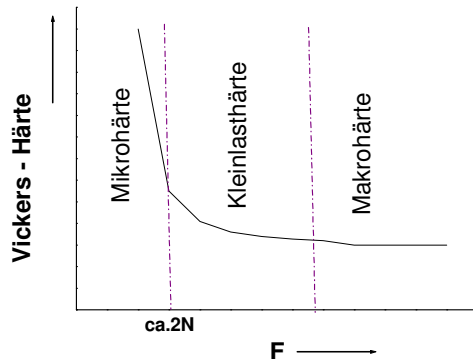


Abbildung 6.3. Prüfkraftabhängigkeit der Vickers Härte (verändert nach [6.1])

Die Härteverfahren nach Knoop (HK) und Rochwell (HR) (DIN EN 10109-1) mit statischer Krafteinwirkung sowie die Härteprüfung mit dynamischer Krafteinwirkung (z.B. Verfahren mit Energiemessung nach Shore oder Verformungsmessung nach Poldi – Hammer) werden hier nicht mehr dargestellt. Die ausführlichen Beschreibungen dazu ist in [6.1, 6.2] nachzulesen.

6.2. Experimentelles

6.2.1. Präparation der Proben

Um die Mikrohärtuntersuchung durchführen zu können, wurden zunächst alle Proben der Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe mit dem Material (Nr.: Demotec 70) bei Raumtemperatur eingebettet, sowohl für Proben in Strangpressrichtung (Längsrichtung) als auch für Proben in Querrichtung. Das ist im Detail im Kapitel 3 geschrieben. Danach wurden die eingebetteten Proben geschliffen, bei der die entschärften SiC - Papier Körnungen mit den Größen 320, 500, 800, 1000, 1200 und 2400 nacheinander eingesetzt wurden. Anschließend wurden die geschliffenen Proben mit einer Diamantpaste der Körnung $3\text{ }\mu\text{m}$ poliert. Schließlich wurden die Proben mit der Diamantpaste der Körnung $1\text{ }\mu\text{m}$ weiter poliert. Natürlich ist es dazu auch möglich, elektrische oder chemische Poliermethoden anzuwenden.

6.2.2. Messungsmethode

In dieser Arbeit wird die Mikrohärtprüfung nach Vickers mit den polierten Proben mit der Apparatur HMV – 2000 Hardness Tester der Firma der Shimadzu – Japan durchgeführt. Die Härtemessungen der polierten Proben lassen sich separat in Längsschliff und Querschliff mit $\text{HV}_{0,2}$ bzw. entsprechend mit $\text{HV}_{0,025}$ für jede Phase (Cu und Nb) durchführen. Abbildung 6.4. zeigt beispielsweise die Ermittlungen der separaten Härte einzelner und mehrerer Gefügebestandteilen im Längsschliff und auch im Querschliff der Ausgangsproben

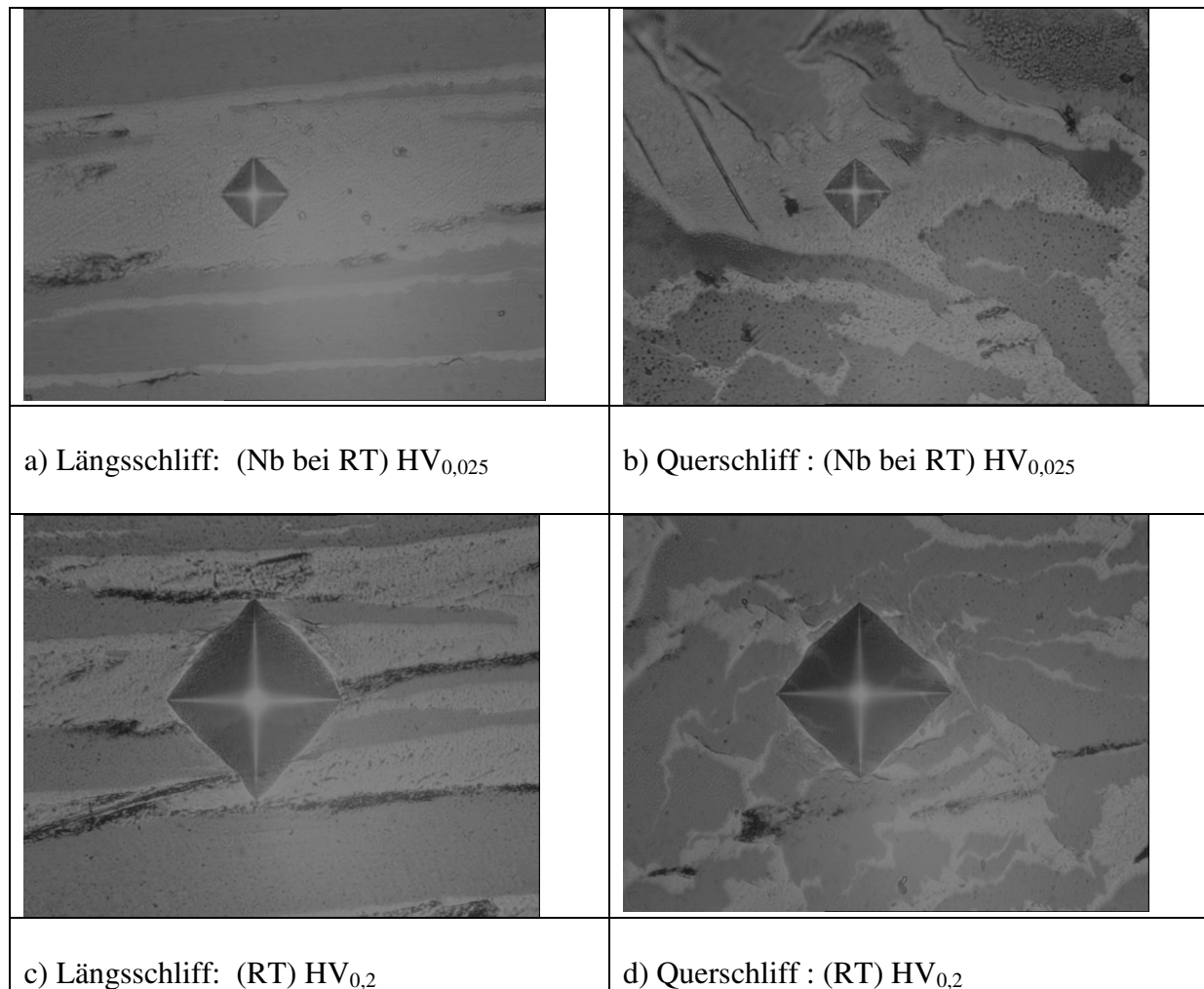


Abbildung 6.4. Mikrohärteneindrücke und Kleinlasthärteneindrücke nach Vickershärteprüfung in Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoff.

6.3. Auswertung

Die arithmetischen Härtemittelwerte (HV) sind aus je 6 einzelnen Eindruckvermessungen pro Prüfkraft ($HV_{0,2}$ gemittelt über beide Phasen oder $HV_{0,025}$ für jede einzelne Phase) errechnet worden. Davon ist der arithmetische Mittelwert der Eindruckdiagonale (d) jeder Eindruckvermessung aus zwei gemessenen Eindruckdiagonalen entstanden (Abbildung 6.2). Abbildung 6.5 zeigt die Verteilungen der gemessenen Vickershärten (für jede einzelne Phase und für den über einen größeren Bereich gemittelten Wert). Die Standardhärtewerte für Cu (36,9HV)- und Nb (132HV) – Phasen wurden der Literatur entnommen [6.9].

Die größte Vickershärte ist für die Cu-Phase mit 211,7HV für den Querschliff des Ausgangsmaterials (RT) bestimmt worden. Mit Temperaturbehandlung nimmt die Härte für beide Probenrichtungen ab. Das Verhalten bei den Tieftemperaturproben ist nicht einheitlich, Im Querschliff ist eine geringfügige Abnahme der Härte zu beobachten, während in Längsrichtung kaum eine Änderung festzustellen ist. Es ist erkennbar, dass die Messhärten der Cu-Phase für alle Proben (gesamte Temperaturbereich) und für beiden Richtungen deutlich höher als im Standard sind. Bei Nb gibt es ein ähnliches Verhalten wie beim Cu. Die Härten des Ausgangsmaterials und der beiden Tieftemperaturproben sind annähernd gleich. Das Material wird für beide Probenrichtungen weicher, wenn es geglüht wird. Dabei ist

festzustellen, dass es keinen Unterschied zwischen 800°C bzw. 1000°C Glühbehandlung gibt. Die Abnahme der Mikrohärte ist im Nb aber deutlich größer als im Cu. Die Gesamthärte (nach $HV_{0,2}$) hat im Querschliff (Q.) des Ausgangszustandes (RT) seinen größten Wert. Es gibt eine eindeutige Temperaturabhängigkeit.

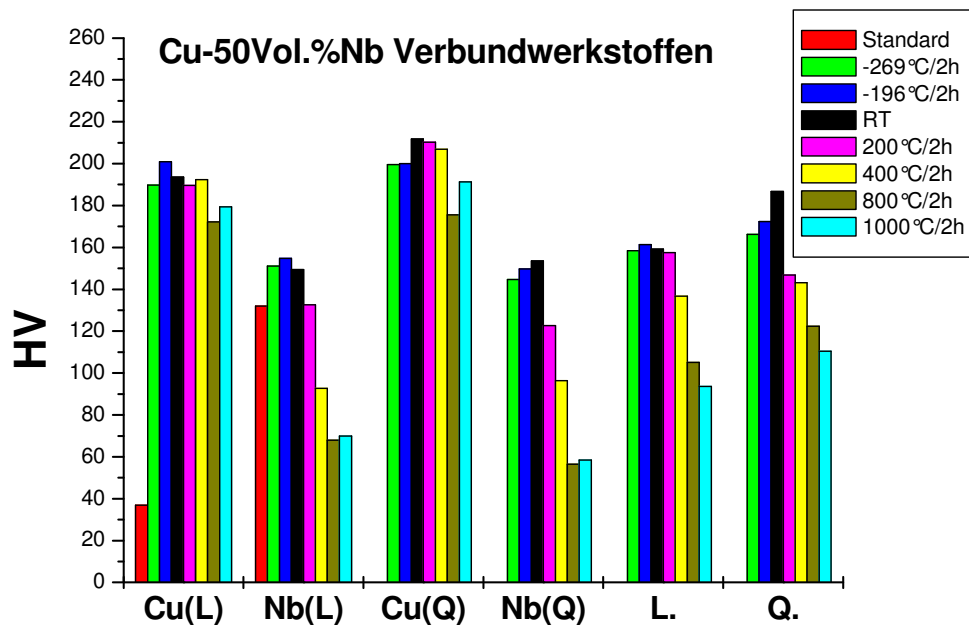


Abbildung 6.5. Gemessene Mikrohärte - Darstellung der Cu.50Vol.%Nb Verbundwerkstoffe

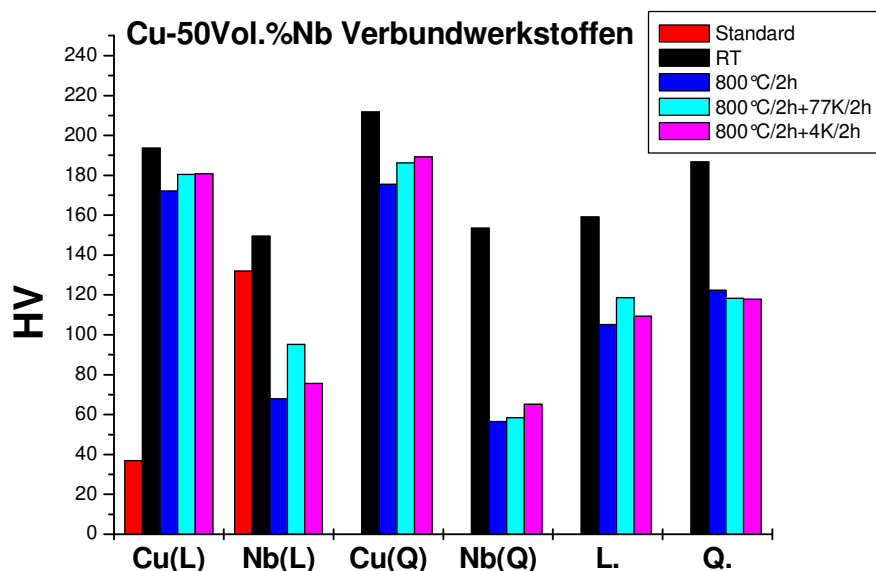


Abbildung 6.6. Mikrohärte - Darstellung eines Cu.50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen nach 800°C Glühbehandlung mit anschließender Tieftemperaturbehandlung

In Abbildung 6.6 lassen sich die Ergebnisse der Härtemessungen von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen mit Wärmebehandlung 2h/800°C und nachfolgender Tieftemperaturbehandlung vergleichen. Nach Tieftemperaturbehandlung (-196°C (77K) und -269°C (4K)) erhöht sich die Härte in der Cu –Phase gegenüber dem Zustand der reinen Wärmebehandlung. Beim Nb ist die gleiche Änderungstendenz der Härte festzustellen. Für die Gesamthärte (HV 0,2) in Längsschliff (L.) und in Querschliff (Q.) bleibt die gleiche Tendenz wie in der Nb – Phasen. Insgesamt kann festgestellt werden, dass die Tieftemperaturbehandlung nur wenige Änderungen in der Härte bewirkt. Dies wird in Abbildung 6.7. bestätigt, dass die Ergebnisse nach 1000°C Glühbehandlung mit anschließender Tieftemperaturbehandlung zeigt.

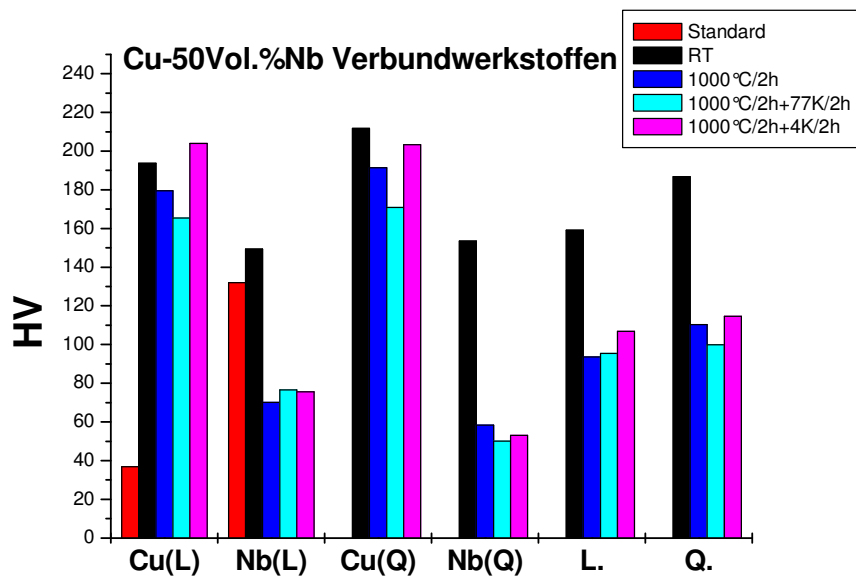


Abbildung 6.7. Mikrohärt - Darstellung eines Cu.50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen nach 1000°C Glühbehandlung mit anschließender Tieftemperaturbehandlung

Um die berechneten und gemessenen Ergebnisse der Härteprüfung relativ quantitativ vergleichen zu können, werden die berechneten gesamten Härtewerte (HV_{the}) nach der Mischungsregeln mit den gemessenen Härtewerte ($HV_{0,025}$) in Nb und Cu im Längsschliff und im Querschliff durchgeführt. Die folgenden Gleichungen mit dem Volumenanteil (f) werden zu Grunde gelegt:

Für den Längsschliff:

$$HV_{the}^L = f_{Nb}HV_{Nb}^L + f_{Cu}HV_{Cu}^L \quad (Gl.6.3)$$

Für den Querschliff:

$$HV_{the}^Q = f_{Nb}HV_{Nb}^Q + f_{Cu}HV_{Cu}^Q \quad (Gl.6.4)$$

$$\text{hier: } f_{Nb} + f_{Cu} = 1$$

Bei dieser Arbeit sind die Volumenanteile (f) für Cu und Nb Phasen gleich (0,5).

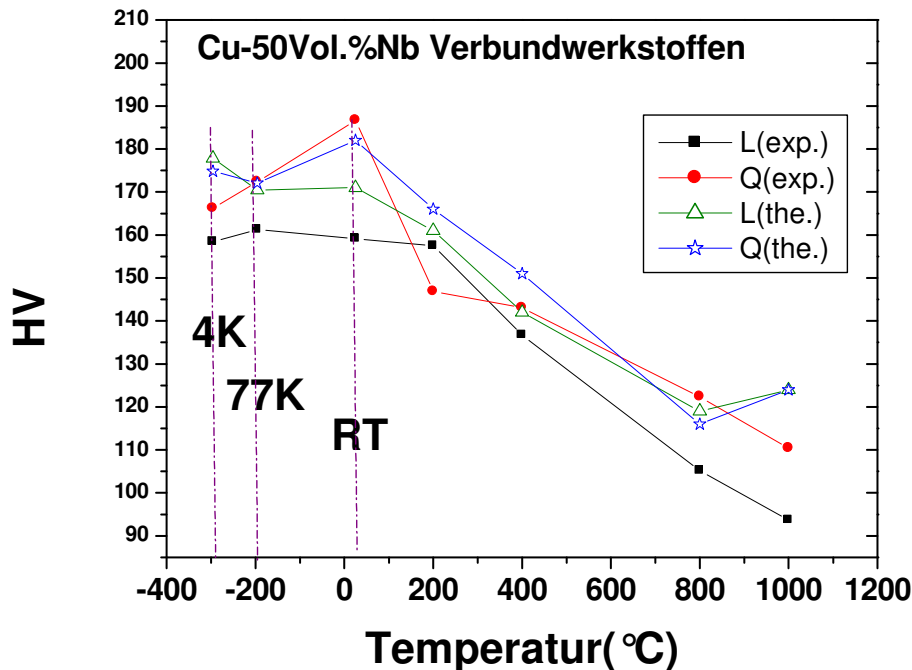


Abbildung 6.8. Mikrohärt nach der Mischungsregel

Die Abbildung 6.8 zeigt die Entwicklung der Mikrohärt berechnet nach der Mischungsregel als Funktion der Temperaturbehandlungen, im Längsschliff und im Querschliff mit den gemessenen Härtewerten ((HV_{exp}^L) für Längsschliff und (HV_{exp}^Q) für Querschliff) bzw. den berechneten Härtewerten ((HV_{the}^L) für Längsschliff und (HV_{the}^Q) für Querschliff).

Beim Ausgangsmaterial (RT) stehen die höchsten Härtewerte im Querschliff für die gemessenen und berechneten Härten. Bei den Tieftemperaturbehandlungen nimmt die Härte geringfügig ab oder bleibt nahezu unverändert. Mit steigender Temperatur von 200°C bis 1000°C wird das Material wie erwartet weicher. Es muss berücksichtigt werden, dass wie in Abbildung 6.3 dargestellt, eine Prüfkraftabhängigkeit der Vickershärte vorhanden ist. Insgesamt bleibt festzuhalten, dass die gemessenen Härtewerte mit den berechneten Werten gut übereinstimmen.

In den Abbildungen 6.9 und 6.10 werden die Ergebnisse der Härtewerten von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen bei den Wärmebehandlungen mit einer Temperatur von 800°C und nachfolgender Tieftemperaturbehandlung dargestellt. Bei der Tieftemperaturbehandlung mit einer Temperatur von -196°C (77K) wird der höchste Wert im Längsschliff beobachtet.

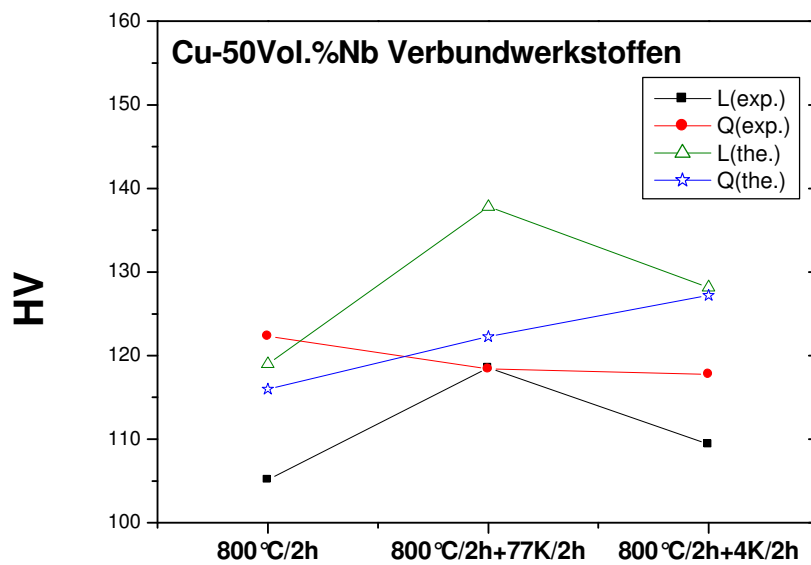


Abbildung 6.9. Mikrohärte - Verlauf aus der Mischungsregel bei den wärmebehandelten (800°C) und schließend Tieftemperatur behandelten Proben.

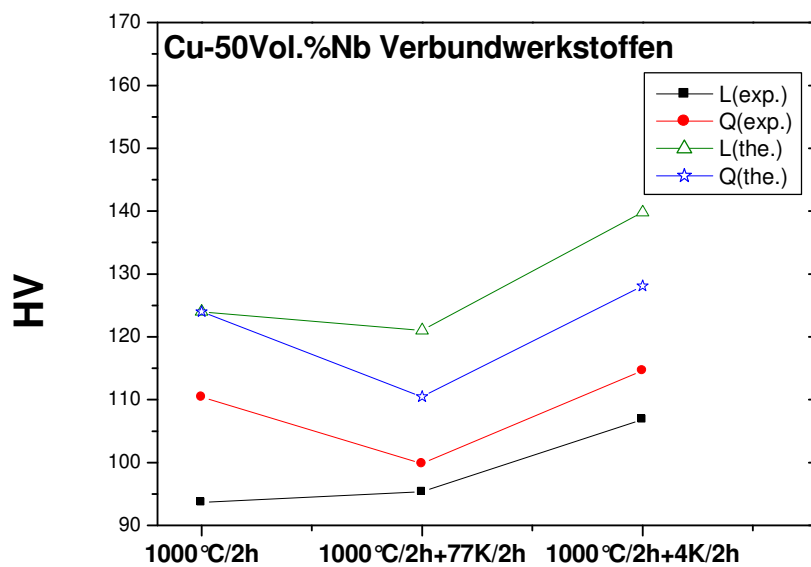


Abbildung 6.10. Mikrohärte - Verlauf aus der Mischungsregel der 1000°C wärmebehandelten und anschließend Tieftemperatur behandelten Proben

7. Korngrößenbestimmung mittels Neutronenbeugung

Die Korngrößenverteilung ist eine der Einflussgrößen eines polykristallinen Werkstoffes für die Werkstoffeigenschaften (siehe nanokristalline Werkstoffe). In dieser Arbeit werden die Grundlagen der Korngrößenbestimmung mittels Beugungsmethoden dargelegt.

7.1 Grundlagen

Im Jahre 1918 wurde von P. Scherrer ein Bericht über das Thema „Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen“ veröffentlicht [7.1]. Für das einzelne Kolloidteilchen, welches eine kristalline Struktur besitzt und kleine kohärent streuende Bereiche aufweist, ist die Korngrößenbestimmung aus Einzelreflexen möglich.

- (1) Die Halbwertsbreite der Interferenzlinien verbreitert sich proportional mit der Abnahme der Kristallgröße;
- (2) die Breite der Interferenzlinien ist abhängig von der Auflösungsfunktion des benutzten Gerätes, die bekannt sein muss;
- (3) die Linienbreite nimmt proportional zur Wellenlänge(λ) der benutzten monochromatischen Röntgenstrahlen zu.

Das daraus entwickelte Verfahren zur Korngrößenbestimmung wird anschließend hergeleitet.

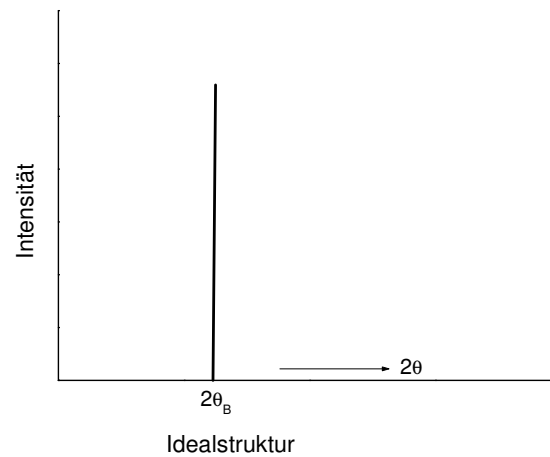
7.1.1 Bragg'sche Gleichung

Im dem von Bragg vorgeschlagenen Modell tritt im Idealfall eine selektive Reflexion (Bragg'sche Reflexion) am Kristallgitter im Vergleich zur optische Reflexion ein, wenn die Bragg – Bedingung (Formel Gl.7.1) erfüllt ist. Unter dem von Bragg vorgeschlagene Modell bei der Beugung an einem Polykristall versteht man folgende drei Eigenschaften einer Probe, bei denen erstens die Atome streng in einem dreidimensional periodischen Gitters angeordnet sind, zweitens eine große Zahl von Kristallen im beugenden Volumen vorhanden ist und drittens eine genügende Zahl paralleler, reflektierender Netzebenen im Kristall vorhanden ist.

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = n\lambda \quad (\text{Gl.7.1})$$

Dabei ist d_{hkl} der Netzebenenabstand. θ_{hkl} ist der Reflexionswinkel (oder Bragg – Winkel θ_B), n ist die Ordnung des Reflexes und λ ist die Wellenlänge.

Die Bragg'sche Gleichung (Gl.7.1) ist nicht nur eine Fundamentalgleichung für die Röntgenbeugung, sondern auch für Neutronen- und Synchrotronbeugung. Unter Voraussetzung des exakten Bragg'schen Modells sollten sich theoretisch scharfen Interferenzlinien im Diffraktogrammen (Abb.7.1) zeigen. Aber diese Voraussetzungen sind in der Praxis nicht gegeben oder nur in beschränktem Maße erfüllt. Das bedeutet, dass Abweichungen in Form von Linienverbreiterungen der Interferenzlinien auftreten.

Abb.7.1. Ein
Idealstruktureflex

7.1.2 Realstruktur

Unter Realstruktur von Kristallen versteht man die Abweichung vom idealen dreidimensionalen Aufbau eines Kristallgitters. Bei der Realstruktur sind die Interferenzlinien im Diffraktogramm (Abb.7.2) verbreitert [7.2]. Die charakteristischen Größen eines Beugungsreflexes sind die Linienbreite (oft als Halbwertsbreite bezeichnet), das Linienprofil, die Linienposition und die Linienintensität.

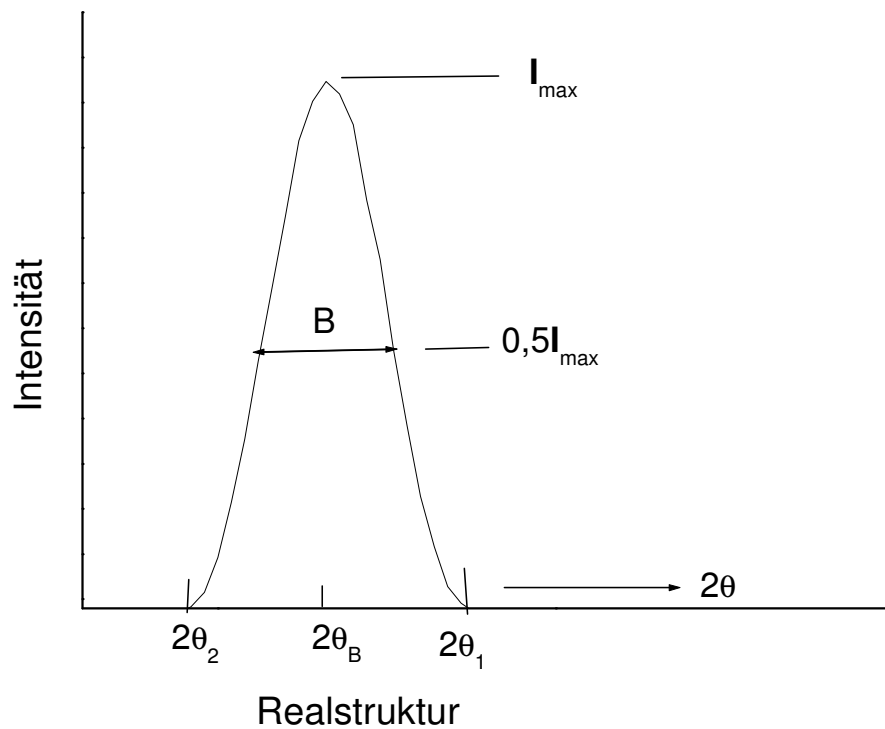


Abb.7.2. Ein Realstruktureflex

Welche Gründe führen zu dem Aufweiten der Bragg-Reflexe und damit zur Realstruktur? Dazu wird das totale Differential der Braggschen Gleichung (Gl.7.1) wie folgt gebildet:

$$2\sin\theta\Delta d + 2d\cos\theta \Delta\theta - \lambda\Delta n - n\Delta\lambda = 0 \quad (\text{Gl.7.2})$$

Unter Berücksichtigung von $\Delta\lambda = 0$ kann man von Formel Gl.7.2 zur Gl.7.3 übergehen:

$$\Delta\theta = -\frac{\tan\theta}{d}\Delta d + \frac{\lambda}{2d\cos\theta}\Delta n \quad (\text{Gl.7.3})$$

Gl.7.3 zeigt, dass die Ursachen der Reflexaufweitung aus zwei Termen bestehen.

(1) Ursachen von $-\frac{\tan\theta}{d}\Delta d$:

- Auftreten von Spannungen,
- Baufehlern oder Gitterverzerrungen in den Kristalliten: z.B. Einbau von Fremdatomen in das Kristallgitter.

(2) Ursachen von $\frac{\lambda}{2d\cos\theta}\Delta n$:

- Kleinheit der Kristallite- oder Korngröße .

Um die Bedeutung der Beeinflussung der Korngröße für die Reflexaufweitung zu verstehen, wird wie folgt vorgegangen.

7.1.3 Scherrer – Formel

Wir nehmen an, dass die Korngröße ein bestimmtes Maß besitzt und die Anzahl der reflektierenden parallelen Netzebenen entsprechend gering ist. Wenn die Röntgenstrahlen einfallen, tritt der Effekt wie in Abb.7.3 beschrieben auf (Vergleich zur Abb.7.2).

Dabei sind die Strahlen A, D, ..., O die Primärstrahlen mit dem Bragg Winkel θ_B ; die Strahlen B, ..., P sind die Strahlen mit dem Winkel θ_1 ; die Strahlen C, ..., N sind die Strahlen mit dem Winkel θ_2 . Hierbei ist m die Zahl parallel liegender Netzebenen. Die Intensität des gebeugten Strahles ist maximal mit dem Winkel θ_B . Die Intensitätswerte sind Null mit den Winkeln θ_1 und θ_2 . Für die Bereiche $\theta_2 < \theta < \theta_1$ ist die Intensität nicht Null. So finden wir bei Einsetzen mit der Braggsche Gleichung (Gl.7.1):

$$2t\sin\theta_1 = (m+1)\lambda \quad (\text{Gl.7.4})$$

$$2t\sin\theta_2 = (m-1)\lambda \quad (\text{Gl.7.5})$$

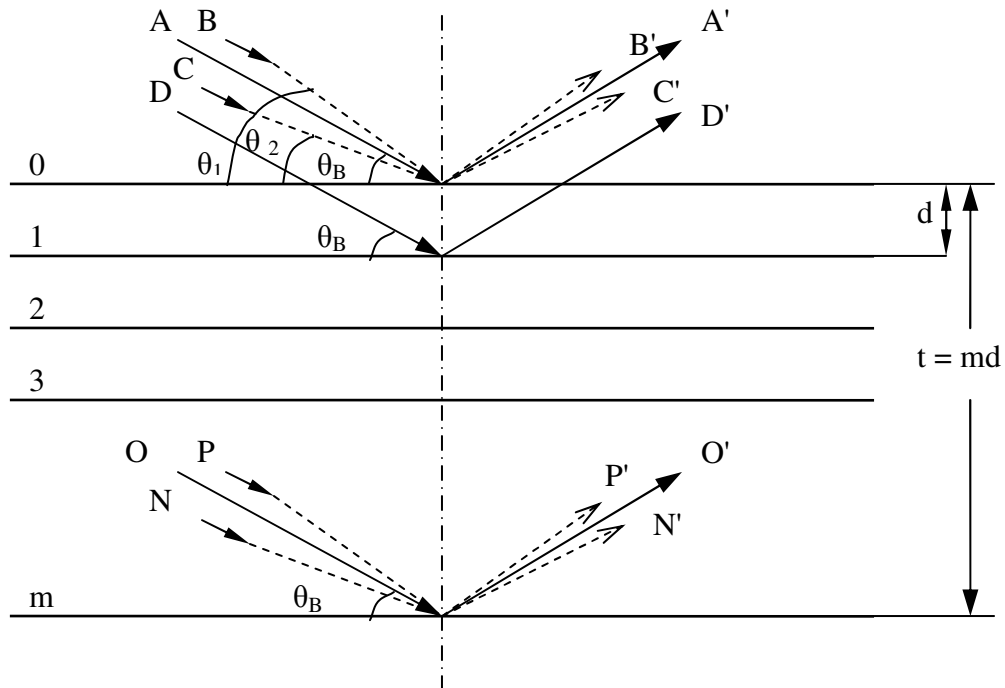


Abb.7.3. Weglängendifferenzen von den nicht unter mit dem exakten Winkel auf eine Netzebenenschar auffallenden Strahlen (t : Dicke des Kristalls)

Es lässt sich Gl.7.5 von Gl.7.4 abziehen. So erhält man

$$t(\sin\theta_1 - \sin\theta_2) = \lambda \quad (\text{Gl.7.6})$$

d.h.

$$2t \cos\left(\frac{\theta_1 + \theta_2}{2}\right) \sin\left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2}\right) = \lambda \quad (\text{Gl.7.7})$$

Dazu berücksichtigt man, dass θ_1 und θ_2 in der Nähe von θ_B (Abb.7.2) sind. Es vereinfacht sich zu

$$\theta_1 + \theta_2 \approx 2\theta_B \quad (\text{Gl.7.8})$$

so findet man

$$\sin\left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2}\right) \approx \frac{\theta_1 - \theta_2}{2} \quad (\text{Gl.7.9})$$

Damit geht (Gl.7.7) über in die Form

$$2t \left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2}\right) \cos(\theta_B) = \lambda \quad (\text{Gl.7.10})$$

woraus man zu dem folgenden Ergebnis gelangt

$$t = \frac{k \lambda}{2 B \cos \theta_B} \quad (\text{Gl.7.11})$$

Mit der Teilchengröße ($D = t$) und Proportionalitätsfaktor ($k = 0,9$) [7.12] geht (Gl.7.11) über in die Form

$$D = \frac{0,9 \lambda}{2 B \cos \theta_B} \quad (\text{Gl.7.12})$$

Dabei ist D der Durchmesser der Teilchen- oder Korngröße. λ ist die Wellenlänge der verwendeten Strahlen. B ist die Halbwertsbreite der Kurve (Abb.7.2) oder die volle Breite bei halber Höhe (FWHM, Abkürzung von Full Width at Half Maximum). Das ist die wichtige **Scherre – Formel** zur Bestimmung der Korngrößen [7.1][7.2][7.3][7.12].

Es ist auch wichtig festzuhalten, dass die Halbwertsbreite B bei Scherrer- Formel die physikalische Halbwertsbreite ist.

7.1.4 Andere Methoden zur Bestimmung der Korngrößen

Außer der Scherrer – Methode gibt es auch noch andere Methoden zur Bestimmung der Korngrößen mit Hilfe von Beugungsmethoden.

(1) Stokes - Wilson -Methode [7.4]

Die Stokes - Wilson Methode wird auch als Scherrer – Wilson Methode bezeichnet. Im Gegensatz zur Scherrer –Formel (Gl.7.12) werden die integrale Breite β_{hkl} statt der Halbwerte B und D als die Kubikwurzel vom Volumen des Kristallits eingesetzt (Gl.7.13).

$$\beta_{hkl} = \frac{\lambda V}{\cos \theta \int T_{hkl} dV} \quad (\text{Gl.7.13})$$

Dabei charakterisiert V das Volumen des Kristallits. T_{hkl} ist die Dichte des Kristallits mit der Belichtungsrichtung von hkl Kristallebenen. Die Stokes – Wilson-Methode gilt als kubisches System von Kristallitgrößenbestimmungen.

(2) Warren-Averbach -Methode [7.5][7.6][7.12]

Bei der Warren-Averbach- Methode tragen die Korngröße (oder Partikel) und die Mikrospannungen für kubische Kristallite zur Verbreiterung der Reflexe bei. Das Aussehen

des Linienprofils wird für kubische Kristall mit der Interferenz von Index (00l) durch eine geeignete Fourier – Funktion abgebildet.

$$P_{2\theta} = K \sum_{n=-\infty}^{+\infty} A_n(l) \cos 2\pi n h_3 \quad (\text{Gl.7.14})$$

Wobei $h_3 = 2a_3 \sin \theta / \lambda$ (a_3 : Abstand der Netzebenen von (00l));

$$A_n(l) = A_n^p A_n^D(l);$$

A_n^p ist Koeffizient, die abhängig von Partikelgröße ist;

$A_n^D(l)$ ist Koeffizient, die abhängig von Verform ist.

(3) Williamson – Hall-Methode [7.7]

Unter Berücksichtigung der Beiträge zur Linienverbreitung durch die Korngröße und durch Mikrospannungen kann man die Linienbreite B_S infolge von Korngrößeneinflüssen nach der Scherrer – Formel (Gl.7.12) und die Linienbreite B_ε auf Grund von Gitterverzerrungen durch Umformung nach der Formel $B_\varepsilon = 2\varepsilon \cdot \tan \theta$ überlagern:

$$B = B_S + B_\varepsilon = \frac{K\lambda}{D \cos \theta} + 2\varepsilon \tan \theta \quad (\text{Gl.7.15})$$

So wird die Funktion von θ durch Auftragen wie folgt aussehen.

$$B \cos \theta = \frac{K\lambda}{D} + 2\varepsilon \sin \theta \quad (\text{Gl.7.16})$$

Gl.7.16 wird als so genannter **Williamson – Hall – Plot** bezeichnet, mit denen die Korngröße und die Mikrodehnungen abgeschätzt werden können.

(4) Warren -Methode [7.8]

Um die Korngröße im Messbereich bei größer als $1\mu\text{m}$ ($=10.000\text{\AA}$) zu bestimmen, wird eine statistische Methode entwickelt (Gl.7.17).

$$D^3 = \frac{3 j A_0 \Omega}{2 \pi^2 \mu} \frac{(Y - \langle \bar{Y} \rangle^2)}{\langle \bar{Y} \rangle^2} \quad (\text{Gl.7.17})$$

Hierbei ist D der Durchmesser der kugelförmigen Kristalle; Y ist die Zahl der Kristallite der Probe; \bar{Y} ist der Durchschnitt der Zahl der Kristallite der Probe; j ist die Vielfachheit der Netzebenen (hkl); A_0 ist die mit Strahlen auffallende Querschnittsfläche; Ω ist der Raumwinkel; μ ist die linear Absorptionskoeffizient bei den gemessenen Proben.

(5) Langford –Methode [7.9][7.10]

Bei der Langford -Methode wird die Voigt -Funktion verwendet. Das Profil der Interferenz wird durch die Voigt -Funktion ausgelegt. Die integrale Reflexbreite β wird wie folgt dargestellt.

$$\beta = \frac{\beta_g \exp(-k^2)}{1 - \operatorname{erfc}(k)} \quad (\text{Gl.7.18})$$

Wobei $k = \frac{\beta_c}{\sqrt{\pi} \beta_g}$ ein Faktor proportional der Quotient der integralen Breite von Cauchy und Gauß ist. $\operatorname{erf}(x)$ wird als eine Fehlerfunktion definiert [7.12].

$$\operatorname{erf}(x) = \frac{1}{(\pi)^{1/2}} \int_0^x \exp(-t^2/2) dt.$$

Die Langford -Methode ist eine relativ schnelle Methode zur Bestimmung der Korngröße mittels Beugungsmethoden.

7.2 Experimentelle Methoden und Datenverarbeitung

Die Experimentellen Methoden zur Korngrößenbestimmung sind vielfältig, z.B. die Methoden mit verschiedenen Strahlen (Licht, Röntgen, Elektronen, Synchrotron und Neutronen). Aufgrund der relativ hohen Transmission von Neutronen für viele Werkstoffe wird es möglich, die Volumenmethode zur Korngrößenbestimmung im Vergleich zur Röntgenstrahlungen anzuwenden. Das bedeutet, dass sich die Messungen als Transmissionsmessungen durchführen lassen und somit die Möglichkeit besteht, Versuche auf der Basis von erheblichen Objektvolumina durchführen zu können [7.2][7.11].

7.2.1 Korngrößemessungen mit Neutronen

Die Korngrößemessungen werden wie die beschriebenen Texturmessungen (siehe Kapitel 4.) an einem Vierkreisdiffraktometer mit Eulerwiege des Typs Huber 512 durchgeführt, welches am Texturmessplatz TEX - 2 am GKSS-Forschungszentrum in Geesthacht steht. Die wichtigste Erkenntnis, bei der Verwendung dieses Gerätes, besteht darin, dass auf Grund der Beugung mit großem Probenvolumen, die gemessene Korngröße (d_Q) dabei fast senkrecht zur Kompressionsachse (Längsrichtung) liegt. Die Messungen wurden mit einem Graphit Monochromator (0002) und einer Wellenlänge von 1,231 Å durchgeführt. Dabei wurde mit Schritten von $\Delta 2\theta = 0,1^\circ$ abgetastet. In Tabelle 7.1 sind die ausführlichen Parameter der Messungen zur Bestimmung der Korngröße angegeben.

Alle ausgewählten Proben (bei den Glühtemperaturen: Raumtemperatur, 400°C/2h und 1000°C/2h) die gemessen wurden, sind aus der gleichen Cu-50Vol. % Nb –Platte präpariert worden, die auch schon für die Herstellung der Texturproben verwendet wurde. Nickel - Pulver (Partikeldurchmesser ca. 100 µm) wurden als Eichprobe verwendet.

Tabelle 7.1 Parameter der Messungen zur Bestimmung der Korngröße an TEX-2

Abstand (Probe – Detektor):	(PD)	160	cm
Primärblende (Durchmesser):	(PB)	18	mm
Blende 1. von Detektor (Durchmesser):	(DB1)	18	mm
Blende 2. von Detektor:	(DB2)	20×40	mm
Vakuumrohr :		Ja	
Tertiär Kollimator:		4×4	mm
Messzeit:		100.000	Monitor Counts

7.2.2 Instrumentelle Verbreiterung

In der Tat setzen sich die gemessenen Linienbreite bzw. das Linienprofil von Interferenzlinien aus dem physikalischen und dem instrumentellen Verbreiterungsanteil zusammen. Der gesamte Strahlengang des Instruments (oder Gerät) führt zu Verbreiterungseffekten der Interferenzlinien. Die Größe von Blenden und die Probengöße sowie unvollständige Fokussierungsbedingungen sind zum Beispiel derartige Einflussgrößen. Zur Eliminierung der instrumentellen Einflüsse auf die Breite von Interferenzlinien wurden zwei Wege angenommen [7.3]. Erstens kann man alle Verbreiterungseinflüsse berechnen [7.11]. Der zweite Weg zur Eliminierung der instrumentellen Einflüsse besteht darin, dass ein Vergleich mit einer ungestörten Probe angestellt wird, bei der alle probenbedingten Einflüsse zur Linienverbreiterungen vernachlässigbar klein sind. Normalerweise werden geglühten Metallpulver benutzt, die hierfür geeignet das heißt spannungsfrei oder zumindest spannungsarm sind und keine Linienverbreiterung durch Feinstkornbildung aufweisen. Bei der vorliegenden Arbeit wurden Nickel Pulver als Eichsubstanz gewählt. Die beiden Größen der abhängigen Anteile der instrumentellen und der physikalischen Verbreiterung sind durch eine Faltung miteinander verknüpft. Das bedeutet, dass die im Experiment gefundene Linienbreite (FWHM) B_m mit den beiden Sonderfällen schreiben werden kann [7.12].

$$B_t = B_m - B_i \quad (\text{nach Scherrer}) \quad (\text{Gl.7.19})$$

oder

$$B_t^2 = B_m^2 - B_i^2 \quad (\text{im allgemeinen}) \quad (\text{Gl.7.20})$$

Wobei B_t die physikalische Breite (Wahre Breite) ist. B_i ist die instrumentelle Breite. Nach der Langford - Methode mit einem Gauß -FIT werden ähnlichen Formeln erhalten.

$$W_t = W_m - W_i \quad (\text{Gl.7.21})$$

oder

$$W_t^2 = W_m^2 - W_i^2 \quad (\text{Gl.7.22})$$

Hierbei ist W „2sigma“ näherungsweise 0,849 der Breite bei halber Höhe der Interferenzlinie.

Die Bestimmungen der Korngröße mit Neutronenstrahlen werden in der vorliegenden Arbeit mit der Scherrer- und der Langford –Methode durchgeführt.

7.2.3 Datenverarbeitung

Die Rohdaten der an TEX-2 gemessenen Reflexe wurden mit dem Origin – Programm, durch die Verwendung der Option „Gauß’schen Verteilung“, bearbeitet.

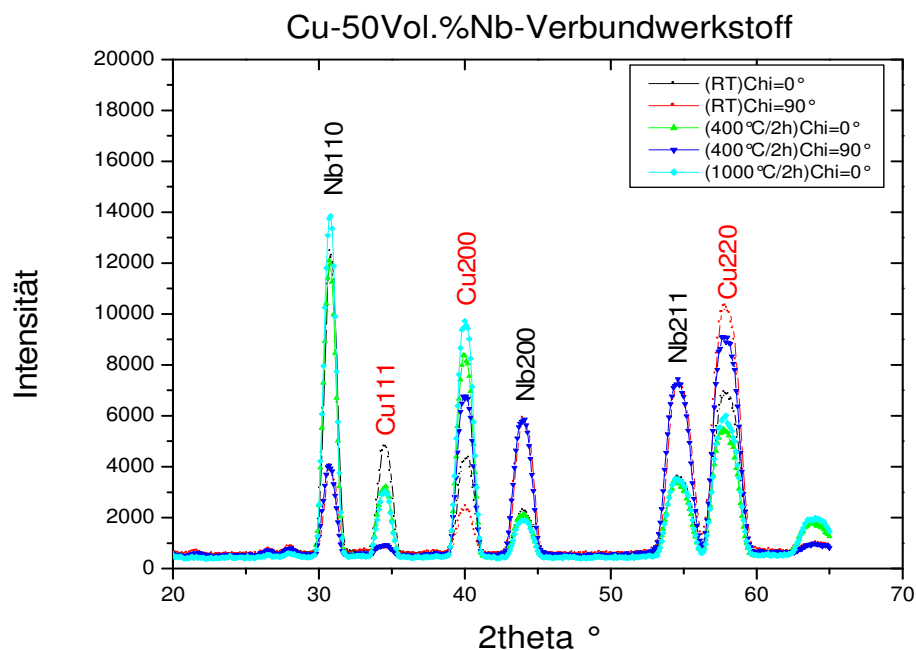


Abb.7.4. Profil des Summendiffraktogrammes von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen

Abbildung 7.4 zeigt das gemessene Summendiffraktogramm für die drei Proben. Jede Probe besitzt 6 gemessene Vollreflexe für beiden Phasen. Da sind Nb (110), Nb (200) und Nb (211) für Nb-Phase Cu (111), Cu (200) und Cu (220) für Cu-Phase.

Zur Demonstration vom FIT für jede Proben wird hierbei beispielsweise die Anpassung an einen Reflex der Kupfer-Phase mit Gaußverteilung in Abbildung 7.5 gezeigt.

Unter Berücksichtigen der Abhängigkeit der Linienbreite vom Beugungswinkel (Cagliotti-Formel) sind in dieser Arbeit der Cu (111) Reflex und der Nb (110) Reflex benutzt worden.

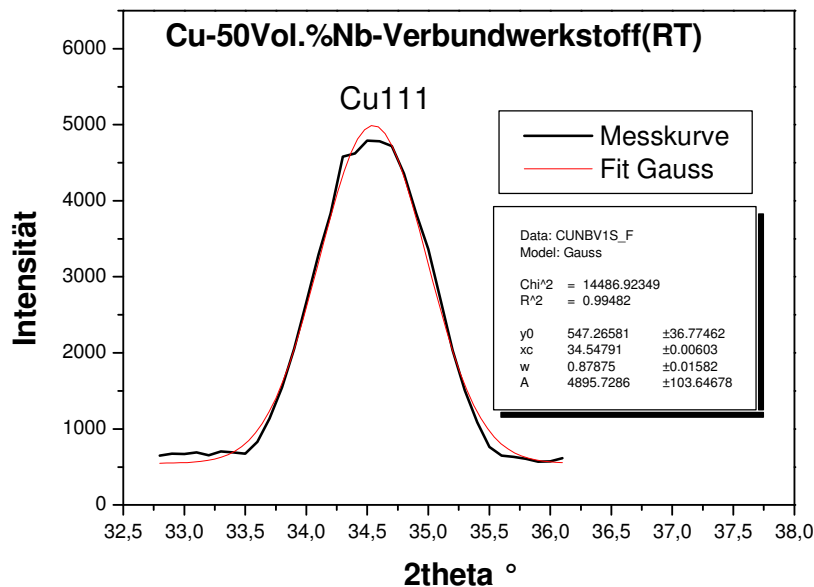


Abb.7.5. Anpassung an einen Reflex von Kupfer von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen bei Raumtemperatur

7.3 Auswertungen der Diffraktogrammen

Bei den drei mit Neutronenstrahlen gemessenen Proben von Cu-50Vol.%Nb Verbundwerkstoffen wurden die Reflexprofile mit Hilfe eines Gauß FIT's analysiert. Beim Gauß FIT ist mit der folgenden Gleichung eine Kurve an das gemessene Diagramm - (Origin 6.0G) anzupassen [7.13]:

$$Y = Y_0 + \frac{A}{W \sqrt{\frac{\pi}{2}}} e^{-\frac{2(x-x_0)^2}{w^2}} \quad (\text{Gl.7.23})$$

Parameterbeschreibung:

- Y_0 – Verschiebung der Grundlinie;
- A – gesamte Fläche zwischen Kurve und Grundlinie;
- x_0 – Peakzentrum;
- W – „2sigma“ (Gaußsche Breite), näherungsweise 0,849 der Peakbreite bei halber Höhe.

Dieses Modell beschreibt eine glockenförmige Kurve wie die (Gaußsche) Normalverteilungsfunktion.

In Tabelle 7.2 wurden die Gaußsche Breite (W) und die Halbwertsbreite B (= FWHM) der Reflexprofile für Cu (111) und Nb (110) separat dargestellt. Die instrumentalen Breiten der Reflexe wurden mit der graphischen Interpolation durch Ni-Eichpulver erhalten. Im einfachsten Fall (Scherrer –Methode) kann die kleinere Halbwertsbreite einer Interferenzlinie erhalten werden.

Tabelle 7.2 Halbwertsbreite der beiden Reflexe des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffen, ermittelt mit Neutronenstrahlen an TEX – 2

		Cu (111)			Nb (110)		
		RT	400°C/2h	1000°C/2h	RT	400°C/2h	1000°C/2h
2 θ (°)		34,54			30,8		
λ (Å)		1,231			1,231		
W (°)(gemessen)		0,87875	0,86452	0,85846	0,81383	0,80407	0,79107
W (°) (instrumental)		0,80223			0,70653		
W (°) (true)	$W_t^2 = W_m^2 - W_i^2$	0,35866	0,32222	0,30559	0,4039	0,3839	0,3558
	$W_t = \sqrt{W_m^2 - W_i^2}$	0,07652	0,06229	0,05623	0,10730	0,09754	0,08454
FWHM (°) (gemessen) (=W/0,849)		1,0350	1,0182	1,0111	0,95857	0,94708	0,93177
FWHM (°) (instrumental)		0,95695			0,79200		
FWHM (°) (true)	$B_t^2 = B_m^2 - B_i^2$	0,39441	0,34806	0,32659	0,53966	0,51932	0,49084
	$B_t = \sqrt{B_m^2 - B_i^2}$	0,07809	0,06133	0,05419	0,16657	0,15508	0,13977

- FWHM (Full-Width Half-Maximum order the full width at half maximum)

Im folgenden Schritt wurden die Korngröße der Cu- und Nb-Phasen der Verbundwerkstoffe mittels der Scherrer –Formel (Formel 7.12) und der Langford – Gleichung separat bestimmt. Tabelle 7.3 zeigt die Ergebnisse der Berechnung. Deutlich ist zu erkennen, dass mit zunehmender Temperatur der Wärmebehandlung die Korngrößen der beiden Phasen zunehmen. Im Vergleich zur Cu-Phase der Probe ist die Korngröße der Nb-Phase geringer. Für alle vermessenen Proben liegen die Korngrößen der beiden Phasen kleiner 123,7 nm. Im Allgemeinen werden Materialien mit Korngrößen unterhalb von 100 nm als Nanomaterialien definiert [7.14]. Das bedeutet, dass die vorliegenden Proben auch als Nanocomposites bezeichnet werden können.

Tabelle 7.3. Korngröße der beiden Phasen des Cu-50Vol.% Nb Verbundwerkstoffs, ermittelt mit Neutronenstrahlen am TEX -2

		Korngröße (Scherrer) ($D = 0,9\lambda / (B_t \cdot \cos \theta)$) (nm)		Korngröße (Langford) ($D = \lambda / (2W \cdot \cos \theta)$) (nm)	
		$B_t^2 = B_m^2 - B_i^2$	$B_t = B_m - B_i$	$W_t^2 = W_m^2 - W_i^2$	$W_t = W_m - W_i$
Cu	RT	16,86	85,68	10,36	48,30
	400°C/2h	19,11	109,09	11,54	59,33
	1000°C/2h	20,36	123,47	12,16	65,72
Nb	RT	12,21	39,55	9,06	34,11
	400°C/2h	12,68	42,48	9,53	37,52
	1000°C/2h	13,42	47,13	10,29	43,29

8. Synthese und Diskussion

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Verhalten eines Cu-50Vol. % Nb Verbundwerkstoffes nach thermischer Beanspruchung untersucht. In diesem Kapitel werden die Ergebnisse diskutiert.

8.1. Gefüge und Korngröße

Das Gefüge oder die Mikrostruktur eines Werkstoffes [8.1] umfasst alle in einem Anschliff erfassbaren Kenngrößen, die licht- oder elektronenmikroskopisch (REM, TEM) erfassbar sind. Dazu gehören insbesondere die Phasen und deren Verteilung, Korngrößen, -formen und -grenzen sowie alle Kristallbaufehler. Ältere Definitionen beziehen die kristallographische Orientierung mit ein, neuere Definitionen nicht.

8.1.1. Formänderung von Cu- und Nb-Partikel nach dem Strangpressen

Die geometrischen Formen der Cu- und Nb- Partikel in dem Cu-Nb Verbundwerkstoff werden durch die Phasengrenzen bestimmt und durch Verformung und/oder Rekristallisation verändert. Als Phasengrenzen werden benachbarte Körner bezeichnet, die sich nicht nur durch ihre Orientierung, sondern auch durch ihre (Kristall-) Struktur und/oder ihre Zusammensetzung als verschiedene Phasen unterscheiden [8.1, 8.2].

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigen lange, ausgezogene bandförmigen Strukturen für die Cu- und Nb- Partikel des Ausgangszustands nach dem Strangpressen in Pressrichtung (siehe Abbildung 3.4). Die Verhältnisse (η) von Länge (d_L) und Querdicke (d_q) für Cu- und Nb-Phasen betragen ca. 1000 – 5000. Dies gilt für alle Proben. Das heißt, es gibt fast keine Änderungen der Partikelstruktur in dem Gefüge durch die durchgeführten thermischen Behandlungen (Tief- und Hochtemperaturbehandlungen). Diese langen, bandförmigen Gebilde werden in der Regel auch als Fasern bezeichnet [8.3, - 8.9].

Es ist erkennbar, dass sich die Phasengrenzen der Cu- und Nb- Partikel der einzelnen Proben nicht ändern. Die glatten geätzten Grenzen zeigen, dass durch Glühen oder Tieftemperaturbehandlungen die Phasengrenzen der Cu- und Nb- Partikel nicht beeinflusst werden (siehe raster- elektronenmikroskopischen Aufnahmen: Abbildungen 3.28-3.33).

8.1.2. Kornformänderung in Cu- und Nb-Phasen

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigen, dass im Ausgangszustand (RT) lamellare und faserartige Kornformen in der Cu-Phase auftreten (siehe Abbildung 3.16). Nach Tieftemperaturbehandlungen bei den Temperaturen von -196°C und -269°C ändern sich die Kornformen gegenüber dem Ausgangszustand (RT) fast nicht.

Bei Wärmebehandlungen mit Glühtemperaturen von 200°C bis 1000°C werden in der Cu-Phase Kornformen von faserartige über kurzstabartig bis zu kugelartige beobachtet. Hierbei spielt die Keimbildung, die bei reinem Kupfer schon bei 200°C (Tabelle 8.1) auftritt, die treibende Rolle. Für reines Kupfer ist ein ausgeprägtes rekristallisationsverhalten mit deutlichem Kornwachstum bekannt, dass bei diesen Verbundwerkstoffproben selbst bei einer Glühbehandlung von 1000°C nicht gefunden worden ist. Das beobachtete Phänomen bei

200°C Glühbehandlung weist nur auf Keimbildung an den Phasengrenzen zwischen Cu- und Nb in der Cu –Phasen hin. Die Keimbildung und das beschränkte Kornwachstum der Cu-Körner können mit der hohen gesamten Grenzflächenenergie im System Niob/Kupfer erklärt werden, die aus den chemischen und strukturellen Beträgen der inkohärenten Grenzfläche besteht.

Tabelle 8.1. Rekristallisationstemperaturen in Metallen [8.10]

Metall	Tr / °C	Metall	Tr / °C
Al	150	Cu	200
Mg	150	Nb*	743
Sn	30	Fe	400
Zn	20	Pt	450
Pb	< 20	Mo	900
Cd	10	Ta	1000
Ag	200	W	1200

* Tr ist durch der Gleichung ($Tr = 0,3 \cdot Ts$) berechnet, Ts = Schmelzpunkt (siehe Kap.2).

Die neutronographische Korngrößenbestimmung hat ergeben, dass die Korngrößen bzw. die Faserdicken in beiden Phasen (Cu und Nb) im Nanometerbereich liegen. Mit steigender Temperaturbehandlung bis 1000°C (siehe Abbildung 7.3) liegt eine Änderung der Korngröße vor. Unter Einwirkung einer äußeren Spannung können sich die Körner bewegen oder verformen. Bei einer reinen Temperaturbehandlung, ohne gewollte plastische Verformung, können große thermische Spannungen zu einer Mobilität der Phasengrenzen führen. Dies wird jedoch nicht beobachtet. Die Änderungen der Kornstruktur in beiden Phasen (Kornform und Korngröße) beschränken sich innerhalb der Phasengrenzen. Kornformänderungen durch Verformung treten nicht..

Ein Element einer Korngrenze zwischen 2 Kristallen gleicher Struktur lässt sich durch 5 Orientierungsparameter (Eulersche Winkel) beschreiben (siehe Kap.4). Unter der Bedingung der Volumenkonstanz ist es notwendig, dass die 5 unabhängigen Gleitsysteme jedes Korns für eine plastische Verformung mit den 6 unabhängigen Komponenten von Dehnungen bzw. Spannungen (nämlich Voigtsche 6- Komponenten) für den Polykristall vorliegen [8.1, 8.10, 8.11]. Cu-Phase als kfz –Metall und Nb-Phase als krz - Metall erfüllen diese Bedingung. Das bedeutet, dass bei Cu-Nb Verbundwerkstoffen die plastischen Verformungen beider Phasen nur durch Gleiten realisiert werden kann. Die gute Duktilität von beiden Phasen stimmt mit den experimentellen Ergebnissen überein [8.7, 8.8, 8.12, 8.13].

8.2. Texturentwicklung

Die Texturuntersuchungen in dieser Arbeit zeigen, dass es im Ausgangszustand (RT) typische, sehr starke Verformungstexturen sowohl für die Cu- auch für die Nb –Phasen gibt. Die Texturkomponenten entsprechen den Strangpresstexturen der reinen Phasen, sind nur in ihrer Texturschärfe etwas schwächer. Dieses Verhalten wird für viele Metal-Metal Verbundwerkstoffe angetroffen.

Durch eine Tieftemperaturbehandlung mit Temperaturen von -196°C und -269°C wird die Strangpresstextur des Ausgangszustandes nicht geändert. Bedingt durch die unterschiedlichen Rekristallisationstemperaturen (siehe Tabelle 8.1) gibt es Unterschiede in der Texturentwicklung durch die Glühbehandlungen (200°C – 1000°C). Im Nb ändert sich die Strangpresstextur auch bei Wärmebehandlungen bis zu 1000°C nur sehr wenig. Beim Cu zeigt eine Glühtemperatur von 200°C erste Änderungen der Textur mit einer Zunahme der Texturschärfe von Würfel- und Goss-Lage. Aber ab 400°C ist die Texturentwicklung schon weitestgehend abgeschlossen. Aufgrund der innigen Phasengrenzen zwischen Cu und Nb wird eine starke Rekristallisation mit dem bekannten Kornwachstum verhindert. An dieser Stelle sei noch einmal darauf hingewiesen, dass es nur eine sehr begrenzte Löslichkeit zwischen Cu und Nb gibt und dass intermetallische Verbindungen von Cu und Nb nicht auftreten. Die inkohärenten Grenzflächen stellen eine starke Barriere dar.

8.3. Eigenspannung

Mit Hilfe des Neutronspektrometers FSS sind Eigenspannungen in den thermisch behandelten Cu – 50Vol%Nb Proben gemessen worden.

Im Ausgangszustand der bei RT hergestellten Verbundproben durch kalt Strangpressen, liegen Druckeigenspannungen im Cu und Zugeigenspannungen im Nb vor [Kapitel 5.35]. Beide Phasen balancieren sich. Diese Ergebnisse stimmen gut mit der Literatur überein [8.1, 8.14]. Für alle Probenzustände (Hoch- und Tieftemperaturbehandlung) werden im Cu Druckeigenspannungen und im Nb Zugeigenspannungen ermittelt. Mit zunehmenden Temperaturen von -269°C bis 1000°C steigen die Eigenspannungswerte in beiden Phasen leicht an. Das heißt, die maximalen Eigenspannungswerte der Druck- und Zugeigenspannungen werden nach Glühbehandlungen von 1000°C gemessen. Die Spannungen des Ausgangszustandes (Strangpressprobe) werden durch das Glühen also verstärkt. Die Ursachen hierfür liegen im Unterschied der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Cu und Nb. Basierend auf dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Cu ($= 16,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und von Nb ($= 7,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) dehnt sich das Cu mit steigender Temperatur deutlich stärker als das Nb. Interessant wäre es nun, den Einfluss einer thermischen Wechselbeanspruchung näher zu untersuchen, was aber im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich war. Die Unterschiede der Eigenspannungswerte in unterschiedlichen Raumrichtungen des Strangpresslings in beiden Phasen gehen auf den Einfluss der Textur zurück [5.35, 5.36, 5.37].

8.4. Härte

Die Härteuntersuchungen nach Vickers haben ergeben, dass die Werte im Cu und im Nb für alle Zustände weit über denen der Standardwerte liegen. Dies gilt sowohl für den Längsschliff als auch für den Querschliff. Die Abbildung 8.1 zeigt die Verläufe der Härtewerte aller Proben im Längsschliff (L) und im Querschliff (Q).

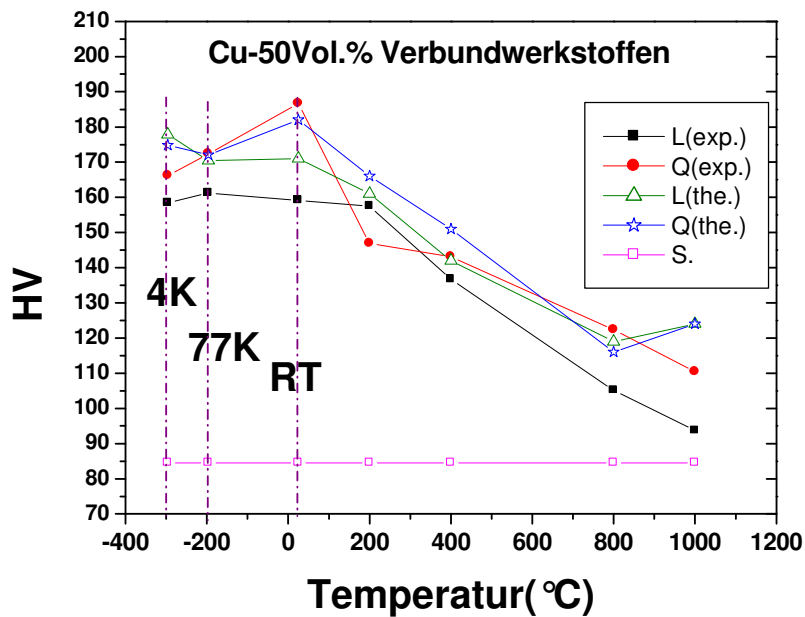


Abbildung 8.1. Härtewerte in Abhängigkeit von der Behandlungstemperatur (L- Längsschliff, Q-Querschliff)

Dabei sind:

HV_{exp} - gemessene Werte (nach $HV_{0,2}$);

HV_{the} - berechnete Werte nach der Mischungsregel mit den gemessenen Werten der einzelnen Phasen von Cu und Nb ($HV_{0,025}$) ermittelt;

HV_S - nach Mischungsregel berechnete Standardwerte in Cu-50Vol. % Nb Verbundwerkstoffen.

Es ist eindeutig, dass alle Werte größer als die nach Mischungsregel berechneten Standardwerte (S.) sind. Dies trifft auch für die Wärmebehandlung von in 1000°C, was im Vergleich zu den anderen Proben für eine Endfestigung sorgt (Härteabnahme). Die Ursachen dafür können verschiedenen Verfestigungsmechanismen innerhalb der Cu- und Nb-Phase sein, was im Folgenden noch behandelt wird.

In Abbildung 8.1 ist HV_S , der berechnete Standardwert (HV^0), der mit Gleichung 8.1 nach der Mischungsregel (Tabelle 2.1) ermittelt worden ist:

$$HV^0 = f_{Cu}HV_{Cu}^0 + f_{Nb}HV_{Nb}^0 = 0,5 \times 132 + 0,5 \times 36,9 = 84,45 \quad (Gl.8.1)$$

f_{Cu} , f_{Nb} : Volumenanteil der Cu- und Nb-Phasen, $f_{Cu} + f_{Nb} = 1$.

HV_{Cu}^0 , HV_{Nb}^0 : Standardwerte von reiner Cu und Nb.

So werden die Härtewerte der Proben wie folgt beschrieben.

$$HV = HV^0 + \Delta HV \quad (Gl.8.2a)$$

Oder

$$\begin{aligned} HV &= HV^0 + f_{Cu} \Delta HV_{Cu} + f_{Nb} \Delta HV_{Nb} \\ &= f_{Cu} HV_{Cu} + f_{Nb} HV_{Nb} \end{aligned} \quad (Gl.8.2b)$$

hier: ΔHV : Betrag der Verfestigungen,

$$HV_{Cu} = (HV^0_{Cu} + \Delta HV_{Cu}) : \text{Härtewerte der Cu-Phasen,}$$

$$HV_{Nb} = (HV^0_{Nb} + \Delta HV_{Nb}) : \text{Härtewerte der Nb-Phasen.}$$

Es wird deutlich, dass die gemessenen und berechneten Härtewerte weit über den berechneten Standardwerten (HV_S) aus der Mischungsregel liegen. Die berechneten Ergebnisse (HV_{the}) stimmen aber gut mit den direkten gemessenen Werten (HV_{exp}) überein. Das bedeutet, dass die Härtewerte der Cu-Nb Verbundwerkstoffen mit der Mischungsregel gut beschrieben werden können. Diese Ergebnisse unterscheiden sich aber von anderen Werten aus der Literatur (Abbildung 2.3) [8.5, 8.6, 8.7, 8.9]. Die Ursache ist, dass die Wechselwirkungen zwischen Cu und Nb bei den vorherigen Arbeiten nicht berücksichtigt worden sind. Dazu muss den Härtemechanismen der Metallen Aufmerksamkeit geschenkt werden.

8.5. Anomalien der Eigenschaften der faserverstärkten in situ Metall-Metall – Verbundwerkstoffe durch Verformung

Im idealen Zustand eines Werkstoffs (z.B. Whisker), bei der keine Defekte vorhanden sind, ist die Festigkeit am höchsten (ideale Festigkeit). Mit Festigkeit wird die Widerstandsfähigkeit eines Materials (Bauteil) gegen eine äußere Beanspruchung bezeichnet. Als Verfestigung wird unter anderem die Behinderung von Versetzungsbewegung bezeichnet. Die häufigsten drei Arten der Verfestigung sind: Verfestigung durch Verformung, Verfestigung durch Zulegierung und Verfestigung durch Umwandlung. Der Verfestigung durch Heterogenisierung des Materials (durch Umwandlung und/oder Zulegierung) wird gegenüber der Verfestigung durch Verformung besonderer Bedeutung beigemessen.

8.5.1. Experimentelle Beobachtung

Zahlreichen Untersuchungen [8.3, 8.5, 8.6, 8.8, 8.9] zeigen, dass mit zunehmenden Verformungsgraden die Versetzungsdichte in Metallen und in Metall-Metall -Verbundwerkstoffen ansteigen. Es bilden sich Zellstrukturen von Versetzungen. Im weiteren Verlauf der Verformung verkleinern sich die Durchmesser der Zellen verkleinert, bis zu einem stabilen Gleichgewicht. Gleichzeitig ergeben sich die Änderungen in der Kornform. Die mechanischen Eigenschaften ändern sich entsprechend deutlich.

Im Falle von sehr starken Verformungen und mit bei entsprechend kleinen Korngrößen treten ab und zu versetzungsfreie Bereiche auf [8.15, 8.16, 8.17]. Dann werden Anomalien der Eigenschaften beobachtet [8.3, 8.4, 8.16].

8.5.2. Mechanismen der Verfestigung

Um die Anomalien der Eigenschaften von Cu-Nb Verbundwerkstoffen besser verstehen und analysieren zu können, werden zunächst die Mechanismen der Verfestigung dargestellt.

Um die Festigkeit (Streckgrenze) von Werkstoffen zu erhöhen, kann man unterschiedliche Verfestigmethode benutzen. Hierbei werden die Verfestigungsmechanismen nach der Dimension des Hindernisses von Versetzungsbewegung unterschieden. Entsprechend lassen sich die unterschiedlichen Verfestigungsmechanismen in Tabelle 8.2 zusammenfassen.

Tabelle 8.2. Verfestigungsmechanismen (verändert nach [8.2])

Dimension der Behinderung	Härten des Hindernis (Physikalische Defekte)	Härtungsmechanismen
0-dimensional ($\sim 10^{-10}$ m) atomar	Punktfehler: Zwischengitteratome (oder Legierungsatome) und Leerstellen.	Legierungs-, Mischkristallhärtung.
1-dimensional (10^{-9} - 10^{-5} m) nanoskopisch	Linienfehler: Versetzungen.	Versetzungshärtung.
2-dimensional (10^{-7} - 10^{-3} m) mikroskopisch	Flächenfehler: Korngrenzen, Zwillingsgrenzen, Stapelfehler, Phasengrenzen (Spezialdefekte wie Antiphasengrenzen, Oberfläche (auch innere), ...).	Korngrenzenhärtung, Feinkornhärtung.
3-dimensional (10^{-7} - 10^{-3} m) mikroskopisch oder ($\geq 10^{-4}$ m) Makroskopisch	Räumliche Fehler: Mikro-, lunker, poren und risse, Cluster, Teilchen, Andere Phase (z.B.: grobe Zwei- oder Mehrphasigkeit).	Ausscheidungs- oder Dispersionshärtung, Verbundwerkstoffhärtung.
1-, 2-, 3-dimensional	Anisotropie des Kristalls: Fiber, Schichtsystem, Räumliche System.	Texturverfestigung. (Orientierte Einkristalle)

In Hinsicht auf den Einfluss der Temperatur ist bekannt, dass sich reinen Metalle als Konstruktionswerkstoffe nicht eignen, die eine kfz oder hdp Kristallstruktur im gesamten Temperaturbereichen besitzen oder die eine krz Kristallstruktur bei einer Temperatur größer

als eine charakteristische Temperatur (T_t) besitzen. Der Grund hierfür liegt darin, dass die kritische Schubspannung für Versetzungsbewegung sehr niedrig ist. Diese charakteristische Temperatur (T_t) ist deutlich geringer als die Rekristallisationstemperatur (T_r) der Metalle (Tabelle 1). Bei vielen Metallen ist $T_t \approx 0,4 \cdot T_s$ (T_s - Schmelztemperatur) [8.1, 8.2].

8.5.2.1. Kritische Schubspannung der Versetzungsbewegung

Das Hindernis der Versetzungsbewegung in Kristallen kann durch die kritische Schubspannung (τ_k) neben dem Gleiten einer Versetzung in der Gleitebene (hkl) und der Richtung (uvw) beschrieben werden. Nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz [8.1], erzeugt eine Nennspannung (σ) in der Gleitebene (hkl) und der Richtung (uvw) für das Gleiten der Versetzung eine Schubspannung (τ).

$$\tau = \sigma \cos(\lambda) \cos(\chi) \quad (\text{Gl.8.3})$$

$$\cos(\lambda) \cos(\chi) = m_s = \text{Schmidfaktor} \quad (= 0 - 0,5)$$

Dabei sind λ und χ die „Orientierung“ (Winkel) der untersuchten Stabachse relativ zum Gleitsystem. Wenn die Schubspannung (τ) größer als die kritische Schubspannung (τ_k) ist:

$$\tau > \tau_k \quad (\text{Gl.8.4})$$

erfolgt das Gleiten der Versetzung. Die kritische Schubspannung (τ_k) im Kristall wird als Peierls - Nabarro Spannung (τ_{PN}) bezeichnet. Das heißt [8.1],

$$\tau_k = \tau_{PN} = \frac{2G}{1-\nu} \exp\left(-\frac{2\pi w}{b}\right) \quad (\text{Gl.8.5})$$

G - Schubmodul ,
b - Burgersvektor,
 ν - Poisson – Konstante,
w - Weite der Versetzung.

Mit abnehmenden (b) und vergrößertem (w) wird die zur Versetzungsbewegung nötige Mindestkraft (die kritische Schubspannung für die Versetzungsbewegung) verkleinert. Die Größenordnung der Peierls-Nabarro Spannung τ_{PN} für kfz- und hdp –Metalle liegt bei ungefähr $\tau_k \approx 10^{-5}$ G. Die Größenordnung für kovalenten Werkstoffe (z. B. Si oder Ge) liegt bei $\tau_k \approx 10^{-2}$ G. Bei krz - Metalle liegt im Bereich (10^{-5} G - 10^{-2} G) [8.1]. Wichtig für den hier behandelten Verbundwerkstoff ist, dass Cu mit kfz Kristallstruktur und Nb mit krz Kristallstruktur eine unterschiedlichen Größenordnung ihrer kritischen Schubspannung für die Versetzungsbewegung besitzen.

8.5.2.2. Mischkristallverfestigung

Bei der Mischkristallverfestigung gibt es eine Wechselwirkung der Fremdatome des Mischkristalls (Verteilung, Anzahl, Größe etc.) in atomarem Maßstab mit den Versetzungen, die zur Behinderung der Versetzungsbewegung führt. Für einen Mischkristall lässt sich die Beziehung der Konzentrationsabhängigkeit der Verfestigung wie folgt abschätzen [8.2]:

$$\Delta\tau_m = \alpha G \sqrt{c} \quad (\text{Gl.8.6})$$

α - Konstante, bei Substitutionsmischkristallen $\alpha \approx 1/100$,
bei interstitiellen Mischkristallen $\alpha \approx 1/10$,

G - Schubmodul,

c - Konzentration des Legierungselementes.

In Mischkristallen geht ein höherer Verfestigungseffekt von interstitiellen Atomen als Substitutionsatomen aus.

Da in Cu-Nb Verbundwerkstoffen im festen Zustand die beiden Komponenten ineinander fast nicht löslich sind, spielt hier die Mischkristallverfestigung keine Rolle.

8.5.2.3. Versetzungsverfestigung

Die Erhöhung der Versetzungsdichte (z.B. durch Verformung) in Metallen kann zur Verfestigung führen, da die weitere Bewegung der Versetzung erschwert wird. Für die Versetzungsdichteabhängigkeit der Verfestigung gilt nach der Taylor - Beziehung [8.1, 8.2]:

$$\Delta\tau_v = \alpha * G * b * \sqrt{\rho} \quad (\text{Gl.8.7})$$

α - Konstante, G – Schubmodul, b – Burgersvektor, ρ – Versetzungsdichte.

Daraus kann man ersehen, dass mit zunehmender Versetzungsdichte der Verfestigungseffekt in Metallen deutlich ansteigt.

Arbeiten an Cu-Nb Verbundwerkstoffen haben gezeigt, dass während der Kaltverformung (z.B.: Ziehung, Walzen, Strangpressen, ...) Versetzungsdichten von 10^{12} cm^{-2} sowohl im Cu als auch im Nb realistisch sind, was bei statischen regellosen Verteilung Zellenformen bildet [8.2, 8.3, 8.4, 8.5, 8.6, 8.7, 8.8, 8.9].

Mit zunehmendem Verformungsgrad sinkt der Zellendurchmesser und die Versetzungsdichte steigt in beiden Phasen. Aufgrund der höheren dynamischen Erholungsgeschwindigkeit der kfz Metalle wird eine gesättigte Versetzungsdichte nur in der Cu- Phase nach einer kritischen Verformung erreicht und der Zellendurchmesser ändert sich nicht mehr. Für die krz Nb-Phase nimmt die Zellengröße dagegen ständig ab. Normalerweise entwickeln sich die

Zellwände parallel zur Verformrichtung. Bei der Zellstruktur sind die Zellwände relativ „hart“ und die Innenbereiche der Zellen „weich“.

In Cu-Nb Verbundwerkstoffen (aber auch in den reinen Metallen) gibt es bei der Verformung eine zunehmende Verdichtung der Korngrenzen (speziell parallel zur Hauptverformungsrichtung), während sich gleichzeitig die Versetzungsdichte erhöht. Beide Mechanismen erhöhen die Streckgrenze.

Es ist zu beachten, dass bei Verbundwerkstoffen unter höchsten Verformungsgraden die Versetzungen an den Phasengrenzen auftauen. In diesen Fällen treten dort häufig Gebiete niedriger Versetzungsdichte auf. Es können sogar größere nahezu versetzungsfreie Bereiche bilden [8.17].

8.5.2.4. Feinkornverfestigung

Im Vergleich zu den Einkristallen bilden erstens die Korngrenzen von polykristallinen Proben Hindernisse bei der Versetzungsgleitung während der plastischen Verformung, und zweitens besitzt der Polykristall eine Mannigfaltigkeit von Orientierungen der Einzelkörner. In diesen Fällen laufen die Versetzungen nur bis zu den Korngrenzen.

Durch die vielen Körner kann neben der Festigkeit auch die Zähigkeit von Werkstoffen ansteigen. Die Korngrößenabhängigkeit der Streckgrenze von Polykristallen lässt sich durch die so genannte Hall - Petch - Beziehung darstellen [8.1, 8.2, 8.18, 8.19, 8.20]:

$$\Delta \tau_k = (\tau - \tau_0) = m_{12} \sqrt{\frac{\lambda}{d}} = k_y d^{-1/2} \quad (\text{Gl.8.8})$$

oder

$$\Delta \sigma_k = k_y d^{-1/2} \quad (\text{Gl.8.9})$$

- λ - Abstand der Versetzungsquelle von der Aufstauung,
- τ - Kritische Schubspannung im Korn 1,
- τ_0 - Mindestspannung für die Aktivierung der Versetzungsquellen im 2. Korn,
- m_{12} - Transformierte Faktor der Orientierung zwischen den beiden Körnern,
- k_y - Konstante als Korngrenzenwiderstand (oder Koeffizient),
- d - Mittlerer Korndurchmesser.

Durch zahlreiche Untersuchungen ist bekannt, dass sich mit zunehmendem Verformungsgrad in Cu-Nb Verbundwerkstoffen lange faserartige Partikel oder Körner von Cu und Nb parallele zur Verformungsrichtung ausbilden, mit abnehmenden Durchmessern (oder Dicke) bei steigender Verformung [8.3, 8.6, 8.12, 8.13, 8.16]. In dieser Arbeit liegen die Durchmesser der Cu- und Nb- Partikel bei 10,36 nm - 85,68 nm und 9,06 nm – 39,55 nm in der stranggepressten Ausgangsprobe vor (siehe Kap 7.).

8.5.2.5. Teilchenverfestigung

Als zweite Phase in Werkstoffe besitzen fremde Teilchen (Ausscheidungen) eine Hinderniswirkung für die Versetzungsbewegung. Normalerweise lassen sich hierbei zwei Arten von Teilchen nach der Schneidbarkeit von Versetzung gliedern. Das sind schneidbare Teilchen oder nicht schneidbare Teilchen, bei denen die Versetzungen das Teilchen umgehen müssen.

Im Falle von schneidbaren Teilchen können Versetzung abgeschert werden (z.B.: Ni_3Al Teilchen in Ni-19Cr-6Al-Legierung bei H. Gleiter und E. Hornbogen [8.1, 8.2]) und laufen auf Gleitsystemen des Teilchens weiter. In diesem Fall wird angenommen, dass ein kugelförmiges kohärentes Teilchen mit dem Durchmesser (d_s) abgeschert wird, um die Spannung der Hindernisse für die Versetzungsbewegung zu berechnen. Für diese geschnitten Teilchen lässt sich die notwendige Spannung wie folgt darstellen [8.2]:

$$\Delta\tau_s = \frac{\pi\gamma d}{4bL} \quad (\text{Gl.8.10})$$

γ - Energie der Antiphasengrenzfläche der beim Schneiden Teilchen,
 d - Durchmesser der Teilchen,
 L - Abstand der Teilchen,
 b - Burgersvektor.

Bei nicht schneidbaren Teilchen müssen die Versetzungen sie umgehen. Das ist ähnlich wie die Beschreibung vom Frank-Read-Mechanismus, bei dem eine kritische Spannung für die Versetzungsbewegung vorliegt [8.1, 8.2]. Die erforderliche Orowan-Spannung ist dann:

$$\Delta\tau_r = \frac{aGb}{L} \quad (\text{Gl.8.11})$$

oder

$$\Delta\tau_r = \frac{aG\sqrt{f}}{d} \quad (\text{Gl.8.12})$$

α - Zahlenfaktor, der von der Anordnung benachbarter Versetzungen abhängt,
 G - Schubmodul,
 b - Burgersvektor,
 L - Abstand der Teilchen,
 d - Durchmesser der Teilchen,
 f - Volumenanteil der Teilchen.

Der kleine Abstand der Teilchen (L) führt zu einer großen erforderlichen Spannung für die Fortbewegung der Versetzung.

Bei der Teilchenverfestigung (oder zweiten Phase Verfestigung) werden die Cu- und Nb-Phasen jeweils getrennt voneinander als zweite Phase im Cu-Nb Verbundwerkstoffen

betrachtet, die dann als nicht schneidbaren Teilchen behandelt werden müssen. Mit zunehmendem Verformungsgrad in Cu-Nb Verbundwerkstoffen verkleinert sich die Korngröße senkrecht zur Verformungsrichtung für beiden Phasen, die dem Abstand der Teilchen (L) entsprechen. Das führt zur Verfestigung.

8.5.2.6. Texturverfestigung (Kristallanisotropie)

Es ist bekannt, dass Kristalle eine Anisotropie ihrer Eigenschaften besitzen, was auf die dreidimensional periodische Kristallstruktur zurückzuführen ist. Die Richtungsabhängigkeit der Spannungs-Dehnungs-Kurven in Aluminium Einkristallen wurde schon von Taylor im Jahr 1938 beschrieben [8.1, 8.20]. Man kann die Einkristallanisotropie dazu benutzen, um polykristalline Materialien in spezielle Richtungen zu verfestigen. Man spricht dann vom so genannten „Texturdesign“ in Werkstoffforschung [8.21].

Mit den elastischen Konstanten (C_{11} , C_{12} und C_{44}) [8.22] können die Young'schen Moduln entlang der Richtung $[hkl]$ von kubischem Material beschrieben werden. Diese Young'schen Moduln werden durch die Kombination der Gleichungen Gl.5.29, Gl.5.30, Gl.5.32, und Gl.5.33 berechnet. Die elastische Anisotropie in Einkristallen lässt sich dazu durch die Anisotropiefaktoren A_E oder A_C darstellen [8.2]. Die Ergebnisse liegen in Tabelle 8.3 vor.

$$A_c = \frac{G_{<100>}}{G_{<110>}} = \frac{C_{44}}{(C_{11} - C_{12})/2} = \frac{2C_{44}}{(C_{11} - C_{12})} \quad (\text{Gl.8.13})$$

In kubische Gitter ist $(C_{11} - C_{12})/2$ der Schubmodul für Scherung auf $\{110\}$ Ebenen in $<110>$ Richtungen; Und C_{44} ist der Schubmodul für Scherung auf $\{100\}$ Ebenen in $<100>$ Richtungen.

So kann A_E statt A_C für kubische Gitter benutzt werden. In den meisten Fällen ist A_E in guter Näherung gleich A_C . A_E kann durch E-Modul-Messungen im Zugversuch an einem kubischen Einkristall in $<111>$ Richtungen und in $<100>$ Richtungen oder durch die Berechnung mit der Gleichung Gl.5.32 ermittelt werden, da für meisten Metallen $E_{<111>} = E_{\max}$ und $E_{<100>} = E_{\min}$ ist. Die Berechnung der elastischen Anisotropie A_E ergibt sich dann aus

$$A_E = \frac{E_{<111>}}{E_{<100>}} \quad . \quad (\text{Gl.8.14})$$

Die Werte A_E in Tabelle 8.3 wurden durch Berechnung ermittelt. Die elastischen Anisotropien A_E und A_C variieren in meisten Fällen im Bereiche: $0,53 \leq A_E \leq 2,9$, $0,50 \leq A_C \leq 3,2$. In der Regel liegen die Werte der elastischen Moduln von reinen Polykristallen zwischen $E_{<111>}$ und $E_{<100>}$.

Mit $A_c = 3.2$ für Cu und $A_c = 0,5$ für Nb spielen die Änderungen der Orientierungen von Cu und Nb in Cu-Nb Verbundwerkstoffen für die Änderung der Werkstoffeigenschaften eine große Rolle. Zahlreiche Untersuchungen haben gezeigt, dass bei der Verformung von Cu-Nb Verbundwerkstoffen in beiden Phasen sehr starke Texturen auftreten [8.3, 8.4, 8.5, 8.6, 8.12].

Auch nach einer Wärmebehandlung von 1000°C wurde eine sehr starke Verformungstextur im Nb festgestellt, deren Ursprung die Herstellung des Verbundwerkstoffs ist (siehe Kap. 4)

Tabelle 8.3. Elastizitätsmoduln und Anisotropiefaktor in kubischem Material

Material	C ₁₁ (GPa)	C ₁₂ (GPa)	C ₄₄ (GPa)	E _{<100>} (GPa)	E _{<110>} (GPa)	E _{<111>} (GPa)	A _E	A _C	E (GPa)
Al	108,2	61,3	28,5	63,86	72,62	76,10	1,2	1,2	70,3
Cu	168,4	121,4	75,4	66,69	130,34	191,15	2,9	3,2	130
Nb**	245	132	28,4	152,56	92,47	80,70	0,53	0,50	105
Au	186	157	42	42,27	80,87	116,24	2,7	2,9	-
Fe	237	141	116	131,81	220,58	284,43	2,2	2,4	211,4
Fe*	233	135	121	133,95	225,76	292,61	2,2	2,5	211,4
Mo	460	176	110	362,59	305,80	290,63	0,8	0,8	320,0
Mo*	441	172	122	344,48	323,27	316,77	0,9	0,9	320,0
W	501	198	151,4	388,83	388,66	388,61	1,0	1,0	411,0
W*	523	205	161	407,55	410,82	411,92	1,0	1,0	411,0
TiC	513	106	178	476,70	439,80	428,74	0,9	0,9	436,9

* Elastische Konstanten (C₁₁, C₁₂ und C₄₄) aus [8.2],

** Elastische Konstanten (C₁₁, C₁₂ und C₄₄) aus [8.34].

Zusammenfassend ergibt sich für die Streckgrenzen ($\sigma_{0,2}$) von Cu-Nb Verbundwerkstoffen:

$$\begin{aligned}\sigma_{0,2} &= \sigma_0 + \Delta\sigma \\ &= \sigma_0 + \Delta\sigma_v + \Delta\sigma_k + \Delta\sigma_T + \Delta\sigma_A\end{aligned}\quad (\text{Gl.8.15})$$

$$\text{hier: } \sigma_0 = (f_{\text{Cu}}\sigma_0^{\text{Cu}} + f_{\text{Nb}}\sigma_0^{\text{Nb}})$$

σ_0^{Cu} , σ_0^{Nb} - Fließspannungen von den reinen Komponenten (Cu und Nb),

f_{Cu} , f_{Nb} - Volumenanteil der Cu- und Nb-Phasen, $f_{\text{Cu}} + f_{\text{Nb}} = 1$,

$\Delta\sigma_v$ - Betrag der Versetzungsdichte,

$\Delta\sigma_k$ - Betrag des Feinkorns,

$\Delta\sigma_T$ - Betrag der Teilchenverfestigung,

$\Delta\sigma_A$ - Betrag der Texturverfestigung (Anisotropie).

Bei Raumtemperaturverformung mit zunehmendem Verformungsgrad steigt die Streckgrenzen ($\sigma_{0,2}$) in Cu-Nb Verbundwerkstoffen deutlich an [8.3, 8.4, 8.5, 8.12, 8.13, 8.23]. Im Falle einer starken Verformung betrachtet man die hohe Versetzungsdichte in den Phasengrenzen, die Feinkornbildung und die Entwicklung einer starken Textur in beiden Phasen. Alle drei genannten Mechanismen liefern einen Beitrag zur Verfestigung. Für geringe Verformungen entspricht die Festigkeit annähernd gut dem Wert von Metall - Metall Verbundwerkstoffen, der mit der Mischungsregel von einzelnen Komponenten abgeschätzt werden kann. Im Gegensatz dazu kann bei starker Verformung der experimentell ermittelte Festigkeitswert, wie er mit der Mischungsregel abgeschätzt worden ist, übertroffen werden. [8.6, 8.17, 8.24, 8.25]. Trotzdem können die Anomalien der Eigenschaften mit den obigen Verformungsmechanismen nicht alleine erklärt werden, die eine annähernde ideale Festigkeit besitzen [8.26, 8.27].

Der Einfluss der Verformung auf die mechanischen Eigenschaften bei Metallen ist nicht einfach darzustellen. Einerseits können Mikrostrukturen die Versetzungsbewegung behindern. Andererseits führen die Änderungen der Mikrostruktur (z.B.: Korngrenzen) positiv zur Verformung in Metallen. Das bedeutet, dass mit der Verfestigung durch die obigen Mechanismen gleichzeitig der so genannte „softening effect“ (erweichende Wirkung) im Material auftritt, so dass die ideale Festigkeit nicht erreichbar werden kann [8.20, 8.25, 8.28, 8.29].

8.5.3. Versetzungsfreie Bereiche (Stufenversetzung)

Es ist bekannt, dass die stabile Zellstruktur (Durchmesser = Z_c) von Versetzung unterhalb der kritischen Verformungsgradem in Metallen erfolgt [8.5, 8.15, 8.17, 8.30, 8.31]. Die Zelleninnenbereiche sind fast versetzungsfrei. Wenn die Korngröße gleich oder kleiner als die Durchmesser der Zellen ist, werden versetzungsfreie Körner in Metallen erhalten. Dann ist es klar: Die Hall - Petch Beziehung gilt nicht mehr für diese Fälle.

Wir nehmen an, dass sich unter der Wirkung einer äußeren kritischen Spannung (σ_c) die Zelldurchmesser oder der Abstand (= Z_c) von zwei Stufenversetzungen voneinander stabilisieren lässt. Abbildung 8.3 zeigt die Beziehung der Versetzungsaufstauungen (Stufenarten) an der Korngrenze.

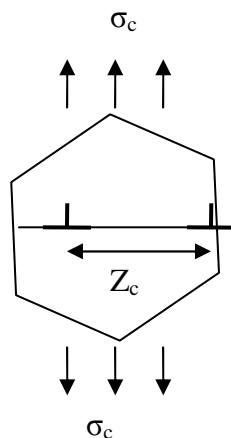


Abbildung 8.3: Schema der Versetzungsaufstauungen an der Korngrenze.

Die Wechselwirkungen (Stufenversetzung von Stufenversetzung oder Stufenversetzung mit Grenzen) werden beschrieben:

$$\sigma_c = \frac{Gb^2}{2\pi(1-\nu)} * \frac{1}{Z_c} \quad (\text{Gl.8.16})$$

G – Schubmodul, ν - Poisson – Konstante,

b – Burgervektor, für die kfz Struktur: $b = (a/2)\langle 110 \rangle$,

für die krz Struktur: $b = (a/2)\langle 111 \rangle$, a – Kristallgitterkonstant.

Tabelle 8.4. Kritische Werte (Z_c) für verschiedene Korngrößen [8.30]

	G (Gpa)	b (nm)	ν	HV (GPa)	Z_c (nm)	d (nm)
Cu	77	0,256	0,34	1,5	19,3	8,16
Cu*	48	0,270	0,34	0,369	12,3	-
Nb*	38	0,193	0,40	1,32	1,7	-
Pd	51	0,275	0,52	2,5	11,2	7,13
Fe	81	0,248	0,29	8,0	3,4	6,60
Ni-P	76	0,249	0,31	10,5	2,5	7,5-120
Ni	76	0,249	0,31	10,5	2,5	12-12500

*Datei von G, ν , HV und b aus [8.32].

Mit der Härtebeziehung $HB \approx HV \approx 3\sigma_c$ und Spannung des Gleitens $\tau_c \approx \sigma_c / 2$ ist Z_c der Abstand von zwei Stufenversetzungen [8.1, 8.30]:

$$Z_c = \frac{3Gb^2}{\pi(1-\nu)} \frac{1}{HV} \quad (\text{Gl.8.17})$$

Je höher die Härtewerte neben G, b und ν Werten sind, desto kleiner wird Z_c . Tabelle 8.4 zeigt einige berechnete Werte für Z_c nach der Verformung. Das bedeutet, dass für Cu und Nb bei Z_c -Werten 12,3 -19,3 nm beziehungsweise 1,7 nm versetzungsfreie Bereiche zumindest für Stufenversetzungen erwartet werden können. Unter diesen Umständen kann die Verfestigung nicht mit den Versetzungsaufstauungen an den Grenzflächen dargestellt werden. Dadurch gilt die Hall - Petch – Beziehung hier nicht.

8.5.4. Virtuelle Versetzung in 2. Phase (Schraubversetzung)

Es wird angenommen, dass eine Schraubenversetzung (b_1) in Phase 1 mit dem Abstand r_1 zur Phasengrenzen zur Nachbarphase 2 steht (Abbildung 8.4). In diesem Fall wirkt eine virtuelle Versetzung (b_1) in die Nachbarphase 2 mit dem Abstand r_2 (hier: $r_1 = r_2 = r$) auf der Schraubenversetzung (b_1). Die Wechselwirkungsenergie für die beiden parallelen Versetzungen lässt sich wie folgt beschreiben [8.1]

$$E_{12} = \frac{G_1 - G_2}{G_1 + G_2} \times \frac{G_1(b_1 b_2)}{2\pi} \times \ln \frac{(r_1 + r_2)}{r_0} \quad (\text{Gl.8.18})$$

G_1, G_2 – Schubmodul für Phase 1 und Phase 2.

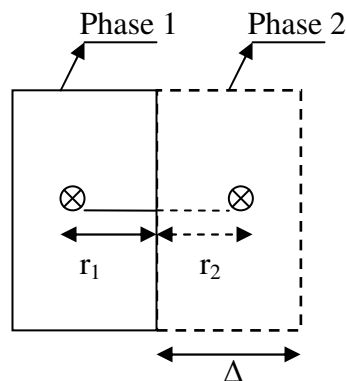


Abbildung 8.4. Schematische Darstellung des Einflusses der zweiten Phase auf die Bewegung von der Schraubversetzung

Wenn für Phase 2 gilt $G_2 = 0$ ist, nämlich die Schraubenversetzung ($b_1 = b$) in Phase 1 mit dem Abstand r_1 von der freien Oberfläche vorliegt, ergibt sich die Wechselwirkungsenergie zu.

$$E_{12} = \frac{G_1 b^2}{4\pi} * \ln \frac{2r}{r_0} \quad (\text{Gl.8.19})$$

Die Wechselwirkungsenergie ist dabei positiv. Das bedeutet, dass sich die Versetzung zur Oberfläche bewegt.

In Cu-Nb Verbundwerkstoffen sind die Schubmoduln $G_{\text{Cu}} = 48 \text{ GPa}$ und $G_{\text{Nb}} = 38 \text{ GPa}$, d.h. $G_{\text{Cu}} - G_{\text{Nb}} = 10 \text{ GPa} > 0$. Danach ist die Wirkungsenergie $E_{12} > 0$. Das bedeutet, dass die Schraubenversetzung aus der Cu Phase zur Phasengrenzen der Nb-Phase herausläuft und in der Nb-Phase die Tendenzrichtung der Schraubenversetzungen dagegen läuft.

Zahlreiche Untersuchungen haben bewiesen, dass zu Beginn der Verformung in Cu - Nb Verbundwerkstoffen die Versetzungsichte in der Cu-Phase kleiner als in Nb -Phase ist. Mit

zunehmendem Verformungsgrade und abnehmender Korngröße (oder Phasendicke) bewegen sich die Versetzungen zu den Korngrenzen (oder Phasengrenzen). Unter sehr starker Verformung bzw. mit entsprechenden kleinen Korn- oder Phasengrößen werden versetzungsfreien Bereiche in beiden Phasen beobachtet [8.3, 8.4, 8.5, 8.6, 8.7, 8.16]. Diese Phänomene können auch in anderen Metall-Metall- Verbundwerkstoffen gefunden werden [8.17, 8.24, 8.15, 8.30, 8.33].

8.5.5. Zusammenfassung zur Betrachtung der Verfestigungen

Die Änderungen der Mikrostrukturen und der Eigenschaften in Metallen oder in Metall-Metalle Verbundwerkstoffen (hier: Cu und Nb Verbundwerkstoffen) gliedern sich entsprechend den Verformungsgraden in drei Teile:

Erstens gilt bei kleiner Verformung, dass die Versetzungsdichte mit zunehmendem Verformungsgrad ansteigt. Die Verfestigung wird durch die Taylor - Beziehung beschrieben.

Zweitens gilt für mittelgroßen Verformungsgrade: Mit zunehmendem Verformungsgrad verändert sich nicht nur die Verteilung der Versetzungen, sondern auch die Korngröße und die Orientierungsverteilung innerhalb des Polykristalls. Die mechanischen Eigenschaften verändern sich deutlich. Die Härtewerte und die Streckgrenzen sind in der Regel nach der Mischungsregel zu ermitteln. Dies kann vorwiegend durch die Hall – Pech- Beziehung und die Texturhärtung interpretiert werden. Das gilt im vorliegenden Fall auch für den Zustand nach Wärmebehandlungen bis 1000°C.

Drittens gilt für sehr starke Verformungszustände: Bei sehr kleiner Korngröße (faserartig) kann es zu versetzungsfreien Gebieten in der hochverformten Probe kommen. In diesem Zustand gehören auch “in-situ“ Whisker. Die mechanischen Eigenschaften der Werkstoffe sind stark ausgeprägt und können Anomalien (theoretischen Festigkeit) auftreten [8.3, 8.5, 8.6, 8.7, 8.9]. Trotzdem kann auch in diesen Fällen die Bildung von “in-situ“ Whisker nicht dazu führen, dass ganz “ideale Festigkeit“ erreicht wird, weil die Phasen- bzw. Korngrenzen (oder die Oberfläche von Whisker) durch Versetzungsaufstauungen beschädigt werden können. Das Modell der Hindernisse der Versetzungsbewegung ist für diese Beschreibung nicht geeignet. Die Whiskerverfestigung (oder Haarkristallverfestigung) ist in diesem Fall das geeignete Modell.

Literaturverzeichnis

Kapitel 1

Kapitel 2

- [2.1] H.-P. Degischer (Hrsg.)
„Verbundwerkstoffe, 14. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde”
DGM, Juli 2003 in Wien, WILEY – VCH, 2003
- [2.2] T. W. Clyne, P. J. Withers
„An Introduction to Metal Matrix Composites”
Cambridge University Press, 1993
- [2.3] J. A. Catterall and I. Williams
„Magnetic investigations of the superconducting behaviour of sintered compacts
of niobium and copper-niobium”
Journal of the Less Common Metals, Volume 12, pp. 258-268, 1967.
- [2.4] G. Bogner
„Cryopower transmission studies in Europe”
Cryogenics, Volume 15, pp. 79-87, 1975, pp. 79-87
- [2.5] A. Das Gupta, B. L. Mordike, L. Schultz
„Superconductivity in a dilute copper—niobium alloy”
Materials Science and Engineering, Volume 18, pp. 137-142, 1975.
- [2.6] Keith R. Karasek and J. Bevk
„High temperature strength of in situ formed Cu—Nb multifilamentary composites”
Scripta Metallurgica, Volume 13, pp. 259-262, 1979.
- [2.7] Keith R. Karasek and J. Bevk
„Dislocation resistivity in in situ formed Cu—Nb multifilamentary composites”
Scripta Metallurgica, Volume 14, pp. 431-435, 1980.
- [2.8] Ivan K. Schuller and Charles M. Falco
„Structure and physical properties of sputtered metallic superlattices”
Surface Science, Volume 113, pp. 443-453, 1982.
- [2.9] Ivan K. Schuller, Charles M. Falco
„Superconducting properties of metallic heterostructures”
Synthetic Metals, Volume 5, pp. 205-216, 1983.
- [2.10] H. LeHuy, L. Germain, R. Roberge and S. Foner
„Laboratory scale electroplating and processing of long lengths of in situ
Cu—₃Sn superconductors”
Cryogenics, Volume 24, pp. 171-174, 1984.

- [2.11] V. A. Lototskaya, Yu. A. Pokhil, V. Ya. Ilichev, F. F. Lavrentev and S. P. Zabolotin
„Low-temperature deformation and fracture of Cu---Nb bimetal“
Cryogenics, Volume 25, pp. 146-151, 1985.
- [2.12] A. R. Pelton, F. C. Laabs, W. A. Spitzig and C. C. Cheng
„Microstructural analysis of in-situ *Cu-Nb* composite wires,“
Ultramicroscopy, Volume 22, pp. 251-265, 1987.
- [2.13] D. Raabe, F. Heringhaus, U. Hangen and G. Gosttein
„Investigation of a Cu – 20%mass%Nb In situ Composite ,
Part 1: Fabrication, Microstructure and Mechanical Properties”
Z. Metallkd. 86, pp. 405-415, 1995.
- [2.14] D. Raabe, F. Heringhaus, U. Hangen and G. Gosttein
„Investigation of a Cu – 20%mass%Nb In situ Composite,
Part 11: Electromagnetic Properties and Application „
Z. Metallkd. 86, pp. 416-422, 1995.
- [2.15] Angelika Kolb – Teiliaps
„Mechanische Eigenschaften von Cu – Nb – und Cu – Nb₃Sn Verbundsupraleiten“
Dissertation, 8. Oktober 1984, TU – Clausthal
- [2.16] E. Botcharova, M. Heilmaier, J. Freudenberger, G. Drew, D. Kudashov, U. Martin
and L. Schultz
„Supersaturated solid solution of niobium in copper by mechanical alloying“
Journal of Alloys and Compounds, Volume 351, pp. 119- 125, 2003.
- [2.17] Andika Widya Pramono
„Quantitative Analysis of the Thermomechanical Properties of Cu-18wt%Nb in-
situ Metal Matrix Composite Wire and the Cahn-Hilliard Simulation of Its
Thermal Phase Evolution”
Dissertation, Dezember 2000, RWTH – Aachen.
- [2.18] Cu und Nb
<http://www.webelements.com>
- [2.19] Ismail C. Noyan, Jerome B. Cohen
„Residual Stress – Measurement by Diffraction and Interpretation “
Springer – Verlag, New York Berlin Heidelberg London...1987.
- [2.20] Gustav E. R. Schulze
„Metallphysik: Zweite, bearbeitete Auflage”
Springer – Verlag, Wien New York, 1974.
- [2.21] J. C. Nadeau, M. Ferrari
„Effective thermal expansion of heterogeneous Materials with Application to low
Temperature Environments“
Mechanics of Materials, Volume 36, pp. 201- 214, 2004.

- [2.22] Thaddeus B. Massalski Editor-in-Chief, Hiroaki Okamoto, P. R. Subramanian, Linda Kacprzak, Editors
„Binary Alloy Phase Diagrams: Second Edition“
ASM International, The Materials Information Society, Volume 2, pp.936-939,1992.
- [2.23] H. W. Bergmann, G. Frommeyer, G. Wassermann
„The Dependence of the Texture and Microstructure in Two Phase Composites on the Yield Stresses of the Components “
ICOTOM 5 Textures of Materials, edited by G.Gottstein and K. Lücke, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., Volume 2, pp.371 – 378,1978.
- [2.24] H. P. Wahl, G. Wassermann
„Anomalien der Eigenschaften dünner Drahte aus Eisen – Silber – Legierung“
Z. Metallkd. 61(1970), Pages 326 – 339
- [2.25] W. A Spitzig, A. R. Pelton and F. C. Laabs
„Characterization of the strength and microstructure of heavily cold worked Cu---Nb composites“
Acta Metallurgica, Volume 35, pp. 2427-2442 ,1987.
- [2.26] W. A. Spitzig and P. D. Krotz
„Comparison of the strengths and microstructures of Cu-20% Ta and Cu-20% Nb *in situ* composites”
Acta Metallurgica, Volume 36, pp. 1709-1715,1988.
- [2.27] Frank Heringhaus, Hans-Jörg Schneider-Muntau and Günter Gottstein
„Analytical modelling of the electrical conductivity of metal matrix composites: application to Ag–Cu and Cu–Nb“
Materials Science and Engineering A, Volume 347, pp. 9-20, 2003.
- [2.28] V. I. Dotsenko, I. F. Kislyak, V. T. Petrenko, M. A. Tikhonovsky, A. M. Shkilko, L. N. Zagoruiko and L. M. Rogozyanskaya
„Static stress effects in superconducting composites: Part I. Effect of uniaxial tensile stress on resistive critical field of Cu–Nb composites”
Cryogenics, Volume 41, pp. 219-224,2001.
- [2.29] V.I. Dotsenko, I. F. Kislyak, V. T. Petrenko, M. A. Tikhonovsky, A. M. Shkilko, L. N. Zagoruiko and L. M. Rogozyanskaya
„Static stress effects in superconducting composites: Part II. Effect of uniaxial tensile and compressive stresses on critical temperatures of Cu–Nb, Cu–NbTi, and bronze–Nb₃Sn composites”
Cryogenics, Volume 41, pp. 225-230, 2001.
- [2.30] E. Hornbogen, H. Warlimont
„Metallkunde - Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen:4.,völlig neu bearbeitete und erweiterte Auflage“
Springer –Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., 2001.
- [2.31] Luiz Brandao and Peter N. Kalu
„The effect of fabrication mode on microstructure, texture and strength in cu-nb/ti composite”
Scripta Materialia, Volume 39, pp. 27-33,1998.

- [2.32] E. O. Hall
„The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results “
Proceedings of Physical Society (London), B64, pp.747-753,1951.
- [2.33] N. J. Petch
„The Cleavage Strength of Polycrystals “
Journal of the Iron and Steel Institute, 174, pp. 25-28,1953.
- [2.34] D. Raabe and U. Hangen
„Correlation of microstructure and type II superconductivity of a heavily cold rolled Cu-20mass% Nb in situ composite“
Acta Materialia, Volume 44, pp.953-961,1996.
- [2.35] D. Raabe
„Simulation of the resistivity of heavily cold worked Cu-20 wt.%Nb wires“
Computational Materials Science, Volume 3, pp. 402-412,1995.
- [2.36] J. Gil Sevillano and J. Flaquer Fuster
„Ultra-High Strength in-situ Composites Formed by Large Plastic Straining: Structure and Mechanical Properties Modelling“
Key Engineering Materials, Volume 127-131, pp.123-140,1997.
- [2.37] Hosford, W. F. Jr.
„Microstructural Changes During Deformation of [011] Fiber-Textured Metals“
Transactions of the metallurgical society of AIME, Volume 230, pp.12-15, 1964.
- [2.38] H. -G. Brokmeier
„Experimental textures of Al-Pb, Al-Cu and Fe-Cu metal-metal composites“
Materials Science and Engineering A, Volume175, pp. 131-139, 1994.
- [2.39] L. Ratke, J. Stark and G. Wassermann
„Age hardening of Fe-Cu-composite wires“
Scripta Metallurgica , Volume 18, pp. 137-140, 1984.

Kapitel 3

- [3.1] Peter Haasen
„Physikalische Metallkunde: 3., neubearbeitete und erweiterte Auflage“
Springer – Verlag , Berlin Heidelberg, New York, ..., 1994.
- [3.2] E. Hornbogen, H. Warlimont
„Metallkunde - Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen:4.,völlig neu bearbeitete und erweiterte Auflage“
Springer –Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., 2001.
- [3.3] H. W. Bergmann, G. Frommeyer, G. Wassermann
„The Dependence of the Texture and Microstructure in Two Phase Composites on the Yield Stresses of the Components “
ICOTOM 5 Textures of Materials, edited by G.Gottstein and K. Lücke, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., Volume 2, pp.371 – 378,1978.

- [3.4] Hans Peter Wahl und Günter Wassermann
„Anomalien der Eigenschaften dünner Drähte aus Eisen-Silber-Legierungen“
Z. Metallkd. 61, pp.326-339,1970.
- [3.5] Anglika Kolb-Telieps
„Mechanische Eigenschaften von Cu-Nb- und Cu-Nb₃Sn- Verbundsupraleitern“
Dissertation, TU - Clausthal, 1984.
- [3.6] J. D. Verhoeven, L. S. Chumbley, F. C. Laabs and W. A. Spitzig
„Measurement of filament spacing in deformation processed Cu---Nb alloys“
Acta Metallurgica et Materialia, Volume 39, pp.2825-2834, 1991,
- [3.7] W. A Spitzig, A. R. Pelton and F. C. Laabs
„Characterization of the strength and microstructure of heavily cold worked
Cu---Nb composites,“
Acta Metallurgica, Volume 35, pp. 2427-2442, 1987.
- [3.8] D. Raabe, F. Heringhaus, U. Hangen and G. Gosttein
„Investigation of a Cu – 20%mass%Nb In situ Composite , Part 1: Fabrication,
Microstructure and Mechanical Properties „
Z. Metallkd. 86, pp. 405-415,1995.
- [3.9] Hans Eckart Exner, Hans Paul Hougardy
„Einführung in die Quantitative Gefügeanalyse “
DGM Informationsgesellschaft. Verlag, 1986.
- [3.10] W. Böcker
„Verformung zweiphasiger metallischer Verbundwerkstoffe“
Dissertation TU Clausthal 1992

Kapitel 4

- [4.1] Günter Wassermann, Johanna Grewen
„Texturen metallischer Werkstoffe“
Zweite, neubearbeitete und erweiterte Auflage, Springer - Verlag,
Berlin/Göttingen/Heidelberg, 1962.
- [4.2] U. F. Kocks, C. N. Tomé, H. –R. Wenk
„Texture and Anisotropy – Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect
on Materials Properties“
Cambridge University Press,1998.
- [4.3] Hans Joachim Bunge
„Mathematische Methode der Texturanalyse“
Akademie – Verlag. Berlin, 1969.
- [4.4] Hans Joachim Bunge
„Texture Analysis in Materials Science“
Butterworth Publishers, London,1982.

- [4.5] Hans Joachim Bunge
„Inhomogene Texturen“
Z. Metallkunde 73, S. 483 -488, 1982.
- [4.6] Armin Helmut Fischer
„Ortsaufgelöste Polfigurmessung, Texturkartographie und Mikro -
Röntgenfluoreszenzanalyse“
Dissertation, TU – Clausthal, 23.Oktober 1998.
- [4.7] Werner Axel Schulze
„Hochaufgelöste Texturanalyse mit Synchrotronstrahlung“
Dissertation, TU – Clausthal, 14.Oktober 1996.
- [4.8] Robert Schwarzer
„Die Bestimmung der lokalen Textur mit dem Elektronenmikroskop “
Habilitationsschrift, TU – Clausthal, 19.April 1989.
- [4.9] M. Dahms
„Spezielle mathematische Methoden der Texturanalyse und ihre Anwendungen
unter besonderer Berücksichtigung der intermetallischen Phasen
(von der Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen der
Technischen Universität Clausthal als Dissertation angenommene Arbeit)“
GKSS87/E/38,GKSS-Forschungszentrum,Geesthacht, 1987.
- [4.10] Hatherley, M. & Hutchinson, W. B.
„An Introduction to Textures in Metals“
The Institute of Metals, Monograph 5,1990.
- [4.11] Anke Günther
„Magnetische Anisotropie gebänderter Eisenerze und deren Beziehung zu
kristallographischen Vorzugsorientierungen“
Dissertation, TU – Clausthal, May 2002.
- [4.12] L. Kestens and J. J Jonas
„Modeling Texture Change during the Static Recrystallization of Interstitial Free
Steels“
Metallurgical and Materials Transactions A, 27A, pp.155-164,1996.
- [4.13] D. Raabe, J. Ball, G. Gottstein
„Rolling Textures of a Cu-20%Nb Composite“
Scripta Metallurgica et Materialia, Volume 27, Issue 9, Pp. 211-216 ,18 May 1992.
- [4.14] Harold P. Klug, Leroy E. Alexander
“X – Ray Diffraction Procedures – For Polycrystalline and Amorphous Materials”
Second Edition, Awiley – Interscience Publication, John Wiley & Sons, New York.
London. Sydney. Toronto,1974.
- [4.15] Neff, Hans
“Grundlagen und Anwendung der Röntgen – Feinstruktur - Analyse”
München : R. Oldenbourg 1959.

- [4.16] Hans – Jörg Hunger(Hrsg.)
„Werkstoffanalytische Verfahren ”
Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Seite 211 – 247 1995.
- [4.17] Angelika Kolb-Telieps
„Mechanische Eigenschaften von Cu-Nb und Cu-Nb₃Sn Verbundsupraleitern“
Dissertation, TU – Clausthal, Oktober 1984.
- [4.18] H.-G. Brokmeier
„Texturanalyse mittels Winkeldispersiver neutronographischer Kernstreuung
(von der Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen der
Technischen Universität Clausthal als Habilitationsschrift angenommene Arbeit) “
GKSS 95/E/9,GKSS-Forschungszentrum,Geesthacht, 1995.
- [4.19] L. Wcislak, H. Klein, H.J. Bunge, T. Tschentscher, J.R. Schneider
„Diffraction Texture Measurements with Hard X-Rays at the Wiggler Beamline
BW 5“
Hamburger Synchrotronstrahlungslabor HASYLAB am Deutschen Elektronen-
Synchrotron DESY in der Helmholtz-Gemeinschaft HGF, Jahresbericht (Annual
Report), pp.73-78, 2001.
- [4.20] H. -G. Brokmeier
„Neutron Diffraction Texture Analysis of Multi-Phase Systems “
Textures Microstruc. 10, pp.325-346,1989.
- [4.21] A. Schreyer, J. Vollbrandt, R. Willumeit
„GeNF - Experimental Report 2003 “
GKSS2004/1, GKSS-Forschungszentrum, Geesthacht, 2004.
- [4.22] H. J. Bunge, M. Dahms, H. –G. Brokmeier
„The Determination of Integrated Intensities from Polycrystalline Sample with
Preferred Orientation“
Cryst. Rev. 2, pp.67-88, 1989.
- [4.23] M. Dahms
„The Iterative Series Expansion Method for Quantitative Texture Analysis
- Part II: Applications“
J. Appl. Cryst. 25, pp.258-267, 1992.
- [4.24] M. Dahms
„Introduction of the phone-Concept into Pole Figur Inversion Using the Iterative
Series Expansion Method“
Textures Micostruc. 19, pp.169-174, 1992.
- [4.25] Peter Haasen
„Physikalische Metallkunde“
3., Neubearbeitete und erweiterte Auflage, Springer-Verlag, Berlin, Neu York., 1994.
- [4.26] H. J. Bunge, C. Esling
„Quantitative Texture Analysis“
DGM Informationsgesellschaft. Verlag, 1986.

Kapitel 5

- [5.1] Harold P. Klug, Leroy E. Alexander
“X – Ray Diffraction Procedures – For Polycrystalline and Amorphous Materials”
Second Edition, Awiley – Interscience Publication, John Wiley & Sons, New York.
London. Sydney. Toronto, 1974.
- [5.2] Ismail C. Noyan, Jerome B. Cohen
“Residual Stress – Measurement by Diffraction and Interpretation”
Springer – Verlag , New York Berlin Herdelberg London...1987.
- [5.3] Neff, Hans
“Grundlagen und Anwendung der Röntgen – Feinstruktur - Analyse”
München : R. Oldenbourg 1959.
- [5.4] Hans-Rudolf Wenk (Editor)
“Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern
Texture Analysis”
Academic Press, INC. Orlando.San Diego.New York.London... 1985.
- [5.5] V.Hauk, H. P. Hougardy, E. Macherauch und H. –D. Tietz (Editors)
“Residual Stress”
DGM(Deutsche Forschungsgemeinschaft) .Informationsgesellschaft .Verlag 1993.
- [5.6] Eckard Macherauch und Paul Müller
“Das $\sin^2\psi$ – Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung”
Zeitschrift für angewandte Physik Bd.13, Seite 305 – 312, 7(1961).
- [5.7] Hans – Jörg Hunger (Hrsg.)
“Werkstoffanalytische Verfahren ”
Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Seite 211 – 247 1995.
- [5.8] V. Kudryashev, J. Keuter, J. Schröder, H.-G. Priesmeyer, R. Wagner
„Optimierung der RTOF - Methode“
GKSS94/E/29, Geesthacht 1994.
- [5.9] Bin Li, Huamin Zou, and Jin Pan
“A Study of Residual Stress in a $K_{2.0}TiO_{2w}/Al$ Composite by Using Convergent
Beam Electron Diffraction”
Scripta Materials, Vol.38, No.9, pp.1419-1425,1998.
- [5.10] J. Schröder, V.A. Kudryashev, J.M. Keuter, H.G. Priesmeyer, J. Larsen and A. Tiitta
“FSS – a Novel RTOF – Diffractometer Optimized for Residual Stress
Investigations”
Journal of Neutron Research, Vol.2, No.4, pp.129 – 141,1994.
- [5.11] P.Staron, M. Koçak, S. Williams, A. Wescott
“Residual Stress in Friction Stir-Welded Al Sheets”
Physica B350, e491-e493, 2004.

- [5.12] P.Staron, M. Koçak, S. Williams
“Residual Stress Distribution in Friction Stir Welded Al Sheets determined by Neutron Strain Scanning”
6th International Trends in Welding Research Conference Proceedings, pp.253-256,
15-19 April 2002,Pine Mountain
- [5.13] Ulrike Cihak, Peter Staron, Wilfried Marketz, Harald Leitner, Johann Tockner, Helmut Clemens
“Residual Stress in Forged IN718 Turbine Discs”
Z. Metallkd. 95, pp.663-667,(7)2004.
- [5.14] H. Pöyry, P. Hiismäki, A. Virjo
“Principles of Reverse Neutron Time-of-Flight Spectrometry with Fourier Chopper Application ”
Nuclear Instruments and Methods, 126, pp.421-433,1975.
- [5.15] H. Pöyry
“Practical Aspects of Reverse Fourier Time-of-Flight Analysis of Slow Neutrons with Mechanical Beam Choppers”
Nuclear Instruments and Methods, 163, pp.427-436,1979.
- [5.16] Thorsten Kulak
“Die Berechnung von Neutronenbeugungsspektren polykristalliner Materialien und ihre Überprüfung mit einem Fourier - Spektrometer ”
Diplomarbeit von Fachbereich Physik der Christian – Albrechts – Universität zu Kiel
Kiel,15.März 1995.
- [5.17] V. Kudryashev, H.G. Priesmeyer ,J.M. Keuter, J. Schröder, R. Wagner
“On the shape of the diffraction peaks measured by Fourier reverse time-off-light Spectrometry”
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, B101, pp.484-492,1995.
- [5.18] A. Schreyer, J. Vollbrandt, R. Willumeit (Editors)
“GeNF – Experimental Report 2003”
GKSS 2004/1, pp.145 – 146, GKSS-Forschungszentrum GmbH, Geestacht ,2004.
- [5.19] H. Glöde
“Neutronendetektoren für das Fourier – Spannungs – Spektrometer FSS Auswahl, Aufbau und Test am Forschungsreaktor FRG - 1”
GKSS 90/E/1, GKSS-Forschungszentrum GmbH., Geestacht , 1990.
- [5.20] P. Hiismäki, O. Antson
“Estimation of Peak Intensities from Frequency Filtered Total Scattering Data of Neutrons obtained by the Reverse Fourier Method”
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research 219, pp. 356-368,1984.
- [5.21] V. Kudryashev, H.G. Priesmeyer, U. Tietze, M.Hammer
“Fit – Programm zur Auswertung von FSS – Spektren : Anleitung zum Fit – Programm GiMfi15”
GKSS 2002, GKSS-Forschungszentrum GmbH, Geestacht ,2002.

- [5.22] Cu
“<http://www.webelements.com>”
- [5.23] R. Hill
“The Elastic Behaviour of a Crystalline Aggregate”
Proceedings of the Physical Society, Physical Society London A65, pp.349-354,1952.
- [5.24] A. J. Allen, M. T. Hutchings, C. G. Windsor, C. Andreani
“Neutron diffraction methods for the study of residual stress fields”
Advances in Physics Vol.34, No.4, pp.445-473,1985.
- [5.25] J. Schröder
“Untersuchungen über den Eigenspannungszustand in reibgeschweißten Rohren von Superlegierungen mit Hilfe hochauflösender Neutronendiffraktometrie“
GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH GKSS 93/E/46
- [5.26] W. Voigt
“Lehrbuch der Kristallphysik”
Teubner Verlag 1928
- [5.27] A. Reuss
“Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle”
Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik, 9, Seite 49-58, 1929
- [5.28] Herfried Behnken
“Berechnung und Ermittlung der röntgenographischen Elastizitätskonstanten sowie der Mikro- und Makro-Spannungen heterogener und texturierter Werkstoffe”
Dissertation, RWTH - Aachen, 29.Januar.1992.
- [5.29] V. A. Lubarda
“New Estimates of the third-Order Elastic Constants for Isotropic Aggregates of Cubic Crystals”
J. Mech. Phys. Solids, Vol.45 No.4, pp.471-490,1997
- [5.30] R. W. Hertzberg
“Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials”
John Wiley & Sons, New York,1976.
- [5.31] Keith J. Carroll
„Elastic Constants of Niobium from 4.2° to 300° K“
J. Appl. Phys., 36, pp.3689-3690, 1965.
- [5.32] B. Scholtes
„Eigenspannungen in mechanisch randschichtverformten Werkstoffzuständen: Ursachen, Ermittlung und Bewertung“
DGM Informationsgesellschaft- Verlag, 1990.

Kapitel 6

- [6.1] Horst Blumenauer
„Werkstoffprüfung: 6., stark überarbeitete und erweiterte Auflage“
Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Stuttgart, 1994.
- [6.2] Wolfgang Weißbach
„Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung – Ein Lehr- und Arbeitsbuch für das Studium: 14., verbesserte Auflage“
Viewegs Fachbücher der Technik, 2001.
- [6.3] Peter Haasen
„Physikalische Metallkunde: 3., neubearbeitete und erweiterte Auflage“
Springer – Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., 1994.
- [6.4] E. Hornbogen, H. Warlimiont
„Metallkunde - Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen: 4., völlig neu bearbeitete und erweiterte Auflage“
Springer – Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., 2001.
- [6.5] H. –P. Degischer (Hrsg.)
„Verbundwerkstoffe – 14. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde“
DGM, Wiley – VCH, pp.195-200, vom 2.-4. July.2003.
- [6.6] Hans Peter Wahl und Günter Wassermann
„Anomalien der Eigenschaften dünner Drähte aus Eisen-Silber-Legierungen“
Z. Metallkd. 61, pp.326-339, 1970.
- [6.7] D. Raabe, F. Heringhaus, U. Hangen and G. Gosttein
„Investigation of a Cu – 20%mass%Nb In situ Composite, Part 1: Fabrication, Microstructure and Mechanical Properties“
Z. Metallkd. 86, pp. 405-415, 1995.
- [6.8] K. Han, J. D. Embury, J. R. Sims, L. J. Campbell, H. -J. Schneider-Muntau, V. I. Pantsyrnyi, A. Shikov, A. Nikulin and A. Vorobieva
„The fabrication, properties and microstructure of Cu–Ag and Cu–Nb composite conductors“
Materials Science and Engineering A 267, pp. 99-114, 1999.
- [6.9] Cu und Nb
„<http://www.webelements.com>“

Kapitel 7

- [7.1] Scherrer, P.
„Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen“, in Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-... Volume 1918; pp.98 – 100

- [7.2] Hunger, Hans-Jörg[Hrsg.]
„Werkstoffanalytische Verfahren“
Deutsche Verlag für Grundstoffindustrie, Seiten 196, Leipzig 1995
- [7.3] Neff, Hans
„Grundlagen und Anwendung der Röntgen – Feinstruktur – Analyse“
München: R.Oldenbourg 1959
- [7.4] A. R. Stokes and A. J. C. Wilson
„A Method of Calculating the Integral Breadths of Debye – Scherrer Lines”
Proceedings of the Cambridge Philosophical Society, 38(1942), pp313-322.
- [7.5] B. E. Warren and B. L. Averbach
„The Effect of Cold-Work Distortion on X-Ray Patterns”
Journal of Applied Physics, 21(1950), pp595-599.
- [7.6] B. E. Warren and B. L. Averbach
„The Separation of Cold-Work Distortion and Particle Size Broadening in X-Ray Patterns”
Journal of Applied Physics, 23(1952), pp497.
- [7.7] G. K. Williamson and W. H. Hall
„X-Ray Line Broadening from Filled Aluminium and Wolfram”
Acta Metallurgica, 1(1953), pp22-31.
- [7.8] B. E. Warren
„X-Ray Measurement of Grain Size”
Journal of Applied Physics, 31(1960), pp2237-2239.
- [7.9] J. I. Langford
„A Rapid Method for Analysing the Breadths of Diffraction and Spectral Lines using the Voigt Function”
Journal of Applied Crystallography, 11(1978), pp10-14.
- [7.10] Q. Jackuliak, P. Šutta
„Comparison of Method for Evaluation of Microstructure of Materials”
Materials Structure, 5(1998), pp15-19.
- [7.11] H.-G. Brokmeier
„Texturanalyse mittels Winkeldispersiver Neutronographischer Kernstreuung”
GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH, Seiten 12-13, Geestacht 1995.
- [7.12] Harold P. Klug, Leroy E. Alexander
„X – Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials”
Second Edition, PP 618 – 708, John Wiley & Sons, New York. London. Sydney.
Toronto. 1974
- [7.13] MicrocalTM Software, Inc.
„ORIGINTM user’s Manual - Version 4.0”
pp300, One Roundhouse Plaza Northampton, MA01060 USA 1995

- [7.14] H.-P. Degischer (Hrsg.)
„Verbundwerkstoffe, 14. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde”
DGM, Juli 2003 in Wien, WILEY – VCH, 2003

Kapitel 8

- [8.1] Peter Haasen
„Physikalische Metallkunde: 3., neubearbeitete und erweiterte Auflage“
Springer – Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., 1994.
- [8.2] E. Hornbogen, H. Warlimont
„Metallkunde - Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen: 4., völlig neu bearbeitete und erweiterte Auflage“
Springer – Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., 2001.
- [8.3] Keith R. Karasek and J. Bevk
„High temperature strength of *in situ* formed Cu---Nb multifilamentary composites”
Scripta Metallurgica, Volume 13, pp. 259-262, 1979.
- [8.4] Keith R. Karasek and J. Bevk
„Dislocation resistivity in *in situ* formed Cu---Nb multifilamentary composites”
Scripta Metallurgica, Volume 14, pp. 431-435, 1980.
- [8.5] Anglika Kolb-Telieps
„Mechanische Eigenschaften von Cu-Nb- und Cu-Nb₃Sn- Verbundsupraleitern“
Dissertation, TU - Clausthal, 1984.
- [8.6] D. Raabe, F. Heringhaus, U. Hangen and G. Goststein
„Investigation of a Cu – 20% mass% Nb In situ Composite, Part 1: Fabrication, Microstructure and Mechanical Properties”
Z. Metallkd. 86, pp. 405-415, 1995.
- [8.7] W. A. Spitzig, A. R. Pelton and F. C. Laabs
„Characterization of the strength and microstructure of heavily cold worked Cu---Nb composites,”
Acta Metallurgica, Volume 35, pp. 2427-2442, 1987.
- [8.8] J. D. Verhoeven, L. S. Chumbley, F. C. Laabs and W. A. Spitzig
„Measurement of filament spacing in deformation processed Cu---Nb alloys”
Acta Metallurgica et Materialia, Volume 39, pp. 2825-2834, 1991.
- [8.9] W. A. Spitzig
„Strengthening in heavily deformation processed Cu-20% Nb”
Acta Metallurgica et Materialia, Volume 39, pp. 1085 -1090, 1991.
- [8.10] Gustav E. R. Schulze
„Metallphysik: Zweite, bearbeitete Auflage”
Springer – Verlag, Wien New York, 1974.

- [8.11] Woldemar Voigt
„Lehrbuch der Kristallphysik: mit Ausschluß der Kristalloptik“
Johnson Reprint Corporation. New York
B. G. Teubner Verlagsgesellschaft. Stuttgart, 1966.
- [8.12] C. L. Trybus and W. A. Spitzig
„Characterization of the strength and microstructural evolution of a heavily cold rolled Cu-20% Nb composite”
Acta Metallurgica, Volume 37, pp. 1971 - 1981, 1989.
- [8.13] L. Thilly, F. Lecouturier, G. Coffe, J. P. Peyrade and S. Askénazy
„Ultra high strength nanofilamentary conductors: the way to reach extreme properties, „
Physica B: Condensed Matter, Volumes 294-295, pp. 648-652, 2001.
- [8.14] Y-C. Lu, H. Kung, A. J. Griffin, Jr., M. A. Natasi, and T. E. Mitchell
„Observations of Dislocations in Cu/Nb Nanolayer Composites after Deformation”
Journal of Materials Research, Vol.12, No.8, pp.1939, 1997.
- [8.15] L. S. Darken
„Some Observation on Atoms and Imperfection”
Transactions of the ASM. Volume 54, pp.600 – 642, 1961.
- [8.16] L. Thilly, F. Lecouturier and J. von Stebut
„Size-induced enhanced mechanical properties of nanocomposite copper/niobium wires: nanoindentation study,“
Acta Materialia, Volume 50, pp. 5049-5065, 2002.
- [8.17] G. Frommeyer and G. Wassermann
„Microstructure and Anomalous Mechanical Properties of in situ-Produced Silver-Copper Composite Wires “
Acta Metallurgica, Volume 23, pp. 1353-1360, 1975.
- [8.18] E. O. Hall
„The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results “
Proceedings of Physical Society (London), B64, pp.747-753, 1951.
- [8.19] N. J. Petch
„The Cleavage Strength of Polycrystals “
Journal of the Iron and Steel Institute, 174, pp. 25-28, 1953.
- [8.20] A. Lasalmonie, J. L. Strudel
„Review: Influence of grain Size on the mechanical Behaviour of some high Strength Materials“
Journal of Materials Science, 21, pp.1837-1852, 1986.
- [8.20] G. I. Taylor
„Analysis of Plastic Strain in a Cubic Crystal “
Contributions to the Mechanics of Solids, New York (MacMillan), pp.218-224, 1938.

- [8.21] U. F. Kocks, C. N. Tomé, H. –R. Wenk
„Texture and Anisotropy; Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect on Materials Properties“
Cambridge University Press, 1998.
- [8.22] Ismail C. Noyan, Jerome B. Cohen
„Residual Stress – Measurement by Diffraction and Interpretation “
Springer – Verlag, New York Berlin Heidelberg London...1987.
- [8.23] V. Pantsyrnyi, A. Shikov, A. Vorobieva, N. Khlebova, I. Potapenko, A. Silaev, N. Beliakov, G. Vedernikov, N. Kozlenkova and V. Drobishev
„High strength, high conductivity macro- and microcomposite winding wires for pulsed magnets,“
Physica B: Condensed Matter, Volumes 294-295, pp. 669-673, 2001.
- [8.24] Hans Peter Wahl und Günter Wassermann
„Anomalien der Eigenschaften dünner Drähte aus Eisen-Silber-Legierungen“
Z. Metallkd. 61, pp.326-339, 1970.
- [8.25] F. Roters, D. Raabe and G. Gottstein
„Work Hardening in Heterogeneous Alloys – a Microstructural Approach Based on Three Internal State Variables “
Acta Materialia Volume 48, pp. 4181 - 4189, 2000.
- [8.26] James P. Harbison and J. Bevk
„Superconducting and Mechanical Properties of in situ Formed Multifilamentary Cu-Nb₃Sn Composites “
J. Appl. Phys. Volume 48, pp.5180-5187, 1977.
- [8.27] J. Bevk, James P. Harbison and Joseph L. Bell
„Anomalous Increase in Strength of in situ Formed Cu-Nb Multifilamentary Composites “
J. Appl. Phys. Volume 49, pp.6031-6038, 1978.
- [8.28] E. Arzt
„Overview No. 130: Size Effects in Materials due to Microstructural and Dimensional Constraints: a Comparative Review “
Acta Materialia Volume 46, pp. 5611 - 5626, 1998.
- [8.29] Jakob Schiøtz, Francesco D. Di Tolla & Karsten W. Jacobsen
„Softening of Nanocrystalline Metals at very small Grain Sizes “
Nature, Volume 391, pp.561-563, 1998.
- [8.30] T. G. Nieh and J. Wadsworth
„Hall-Petch Relation in Nanocrystalline Solids”
Scripta Metallurgica, Volume 25, pp. 955-958, 1991.
- [8.31] L. Thilly, F. Lecouturier and J. von Stebut
„Size-induced enhanced mechanical properties of nanocomposite copper/niobium wires: nanoindentation study“
Acta Materialia, Volume 50, pp. 5049-5065, 2002.

- [8.32] Cu und Nb
<http://www.webelements.com>
- [8.33] H. W. Bergmann, G. Frommeyer, G. Wassermann
„The Dependence of the Texture and Microstructure in Two Phase Composites on the Yield Stresses of the Components “
ICOTOM 5 Textures of Materials, edited by G.Gottstein and K. Lücke, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, New York, ..., Volume 2, pp.371 – 378,1978.
- [8.34] V. A. Lubarda
„New Estimates of the Third-Order Elastic Constants for Isotropic Aggregates of Cubic Crystals “
J. Mech. Phys. Solids, Vol.45, No.4, pp.471-490,1997.

Lebenslauf

Name	Ye, Wen-Hai
Geburtsdatum	21.01.1963
Geburtsort	Henan (VR. China)
Staatsangehörigkeit	chinesisch
Familienstand	verheiratet, 1 Kind

Ausbildung

1969 bis 1975	Grundschule (Henan, VR. China)
1975 bis 1979	Mittelschule (Henan, VR China)
1979 bis 1983	Studium der Metallwerkstoffe und Wärmebehandlung an der Jiaotong-Universität Xian, VR. China
1983 bis 1986	Assistent bzw. Dozent am technischen Institut für Automobil Hubei von Dongfeng Motor Corporation, VR. China
1986 bis 1988	Postgraduate-Studium der Werkstoffwissenschaften an der Jiatong Universität Schanghai, VR. China
1988 bis 1995	Dozent am technischen Institut für Automobil Hubei Der Dongfeng Motor Corporation, VR. China
1995 bis 1996	Deutsch-Kolleg Tongji-Universität, Schanghai, VR China
1996 bis 1997	Fortbildung an der Fachhochschule Ulm und Praktikum bei der Robert Bosch GmbH, Feuerbach-Stuttgart
1997 bis 2000	Studium der Werkstoffwissenschaft und Technologie an der TU Bergakademie Freiberg (Vertiefung: Metallkunde)
2000	Diplom in Werkstoffwissenschaften an der TU Bergakademie Freiberg
seit Januar 2001	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik der TU Clausthal Außenstelle am GKSS-Forschungszentrum